



(12) BẢN MÔ TẢ SÁNG CHẾ THUỘC BẰNG ĐỘC QUYỀN SÁNG CHẾ

(19) Cộng hòa xã hội chủ nghĩa Việt Nam (VN)
CỤC SỞ HỮU TRÍ TUỆ

(11)



1-0026755

(13) **B**
B01F 1/00; B29B 7/90; B29B 9/12;
B29C 47/10; B29C 47/38; B29C 47/52;
B29C 47/60; B29C 47/66; C08C 1/14;
(51)^{2016.01} **C08J 3/215; C08J 3/22; C08K 3/36;**
C08K 5/00; C08K 5/548; C08K 9/02;
C08K 9/06; C08L 7/02; C08L 9/10;
B29B 7/46

(21) 1-2013-00774

(22) 14/09/2011

(86) PCT/US2011/051584 14/09/2011

(87) WO2012/037244 22/03/2012

(30) 61/383,182 15/09/2010 US

(45) 25/12/2020 393

(43) 25/06/2013 303A

(73) CABOT CORPORATION (US)

Two Seaport Lane, Suite 1300, Boston, MA 02210-2019, United States of America

(72) MORRIS Michael D. (GB); PRAKASH Anand (IN); RUMPF Frederick H. (US).

(74) Công ty Luật TNHH Phạm và Liên danh (PHAM & ASSOCIATES)

(54) HỢP THỂ ĐÀN HỒI CHỨA CHẤT ĐỘN CHỨA SILIC OXIT VÀ PHƯƠNG
PHÁP SẢN XUẤT HỢP THỂ ĐÀN HỒI

(57) Sáng chế đề cập đến hợp thể đàn hồi chứa chất độn chứa silic oxit, và các phương pháp sản xuất hợp thể đàn hồi này. Sáng chế cũng mô tả các ưu điểm đạt được bằng hợp thể đàn hồi và các phương pháp này.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến hợp thể đàn hồi và cụ thể, hợp thể đàn hồi chứa chất độn chứa silic oxit, và đề cập đến phương pháp sản xuất hợp thể đàn hồi này và vật phẩm được làm từ hợp thể đàn hồi này hoặc chứa hợp thể đàn hồi này.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Nhiều sản phẩm có giá trị thương mại được làm từ các hợp thể đàn hồi, chứa chất độn dạng hạt phân tán trong thể đàn hồi tổng hợp, cao su thiên nhiên hoặc hỗn hợp thể đàn hồi khác nhau. Muội than được sử dụng rộng rãi làm chất gia cường trong cao su thiên nhiên và trong các thể đàn hồi khác. Người ta thường tạo ra hỗn hợp gốc, tức là hỗn hợp sơ chế chứa chất độn, thể đàn hồi và các chất phụ gia tùy chọn khác nhau như dầu độn. Hỗn hợp gốc chứa muội than được sản xuất bằng cách sử dụng các loại muội than khác nhau có bán trên thị trường, các muội than này khác nhau cả về diện tích bề mặt trên mỗi đơn vị khối lượng cũng như về cấu trúc, các thông số này đặc tả kích thước và độ phức tạp của các kết tập muội than được tạo ra khi của các hạt muội than ban đầu dung hợp với nhau. Nhiều sản phẩm có giá trị thương mại được làm từ các hợp thể đàn hồi như vậy chứa chất độn là muội than dạng hạt phân tán trong cao su thiên nhiên. Các sản phẩm đó bao gồm lốp xe, trong đó các hợp thể đàn hồi khác nhau có thể được sử dụng cho phần ta-lông, vách biên, phần bọc tanh và mảnh chẳng hạn. Các sản phẩm khác bao gồm bạc lót bộ động cơ, băng tải, thanh lau tấm chắn gió và các loại sản phẩm tương tự.

Việc phân tán tốt muội than trong các hợp chất cao su thiên nhiên đôi khi được coi là một trong những tiêu chí quan trọng nhất để đạt được chất lượng tốt và đặc tính sản phẩm đồng nhất, và đã có các nỗ lực đáng kể nhằm phát triển các phương pháp đánh giá đặc tính phân tán trong cao su. Các thao tác trộn có tác động trực tiếp đến hiệu quả trộn và độ phân tán vĩ mô. Nói chung, muội than được phân tán vĩ mô tốt hơn đạt trong hỗn hợp gốc trộn khô bởi quá trình trộn lâu hơn và mạnh hơn. Tuy nhiên, đáng tiếc là việc đạt được độ phân tán vĩ mô tốt hơn nhờ việc trộn lâu hơn và mạnh hơn này lại làm thoái biến thể đàn hồi có muội than được phân tán trong đó. Vấn đề này là đặc biệt khó giải quyết trong trường hợp cao su thiên nhiên vì nó dễ bị thoái biến do cơ/nhiệt. Việc trộn

lâu hơn và mạnh hơn bằng cách sử dụng kỹ thuật và thiết bị trộn đã biết, như máy trộn kín, gây giảm trọng lượng phân tử của cao su thiên nhiên trong hỗn hợp gốc. Như vậy, việc tăng độ phân tán vĩ mô của muối than trong cao su thiên nhiên thường dẫn tới làm giảm trọng lượng phân tử cao su một cách không mong muốn.

Ngoài kỹ thuật trộn khô, đã biết cách nạp liên tục latec và huyền phù chứa muối than vào bể đông tụ có khuấy. Kỹ thuật "trộn ướt" như vậy thường được sử dụng với thể đàn hồi tổng hợp, như cao su styren butadien (SBR). Bể đông tụ chứa chất làm đông tụ như dung dịch muối hoặc dung dịch axit trong nước thường có độ pH nằm trong khoảng từ 2,5 đến 4. Latec và huyền phù chứa muối than được trộn và được làm đông tụ trong bể đông tụ thành các hạt nhỏ (thường có đường kính vài milimet) được gọi là vụn ướt. Vụn này và dòng thải axit được tách ra, thường bằng sàng rung hoặc dụng cụ tương tự. Sau đó, vụn này được đổ vào bể khuấy thứ hai, ở đó nó được rửa để đạt được độ pH trung tính hoặc gần trung tính. Sau đó, vụn này được đưa tới sàng rung tiếp theo và các bước làm khô và các bước tương tự. Nhiều phương pháp cải tiến đã được gợi ý để làm đông tụ thể đàn hồi tự nhiên và tổng hợp. Trong US 4029633 của Hagopian và các đồng tác giả, quy trình liên tục để điều chế hỗn hợp gốc thể đàn hồi đã được mô tả. Huyền phù chứa muối than trong nước được điều chế và được trộn với latec thể đàn hồi tự nhiên hoặc tổng hợp. Hỗn hợp này được để lắng, tùy ý bằng cách sử dụng các chất làm lắng đã biết khác nhau bất kỳ. Sau khi làm lắng hỗn hợp muối than/latec, nó được làm đông tụ. Đặc biệt, hỗn hợp muối than/latec đã lắng được đưa dưới dạng một dòng liên khối vào chính giữa dòng dung dịch làm đông tụ. Dòng chất rắn của hỗn hợp muối than/latec đã được làm lắng được cắt và được phun bởi dòng dung dịch làm đông tụ trước khi đông tụ, sau đó được đưa tới vùng phản ứng thích hợp để hoàn thành quá trình đông tụ. Sau bước đông tụ, vụn được tách ra khỏi phần "nước" thải, được rửa, và làm khô. Quy trình có phần tương tự đã được mô tả trong US 3048559 của Heller và các đồng tác giả. Huyền phù chứa muối than trong nước được trộn liên tục với dòng thể đàn hồi hoặc latec tự nhiên hoặc tổng hợp. Hai dòng này được trộn trong các điều kiện được gọi là chảy rối và tác động thủy lực mãnh liệt. Như trong trường hợp patent của Hagopian nêu trên, sau đó dòng kết hợp của huyền phù chứa muối than và latec thể đàn hồi được làm đông tụ bằng cách bổ sung dung dịch chứa chất làm đông tụ là axit hoặc muối.

Có rất nhiều phương pháp sản xuất hỗn hợp gốc. Theo một phương pháp được đề cập trong US 6048923, nội dung của nó được đưa vào bản mô tả này bằng cách viện

dẫn, dòng liên tục của chất lỏng thứ nhất chứa latec thể đàn hồi được nạp vào vùng trộn của thiết bị phản ứng đông tụ. Dòng liên tục của chất lỏng thứ hai chứa huyền phù của muối than được nạp bằng áp lực vào vùng trộn để thu được hỗn hợp với latec thể đàn hồi. Việc trộn hai chất lỏng này là đủ mạnh để làm đông tụ gần như hoàn toàn latec thể đàn hồi với muối than trước khi tới đầu tháo liệu từ thiết bị phản ứng đông tụ. Như được đề cập trong US 6929783, sau đó chất đông tụ có thể được nạp vào máy ép đùn loại nước. Trong một số ứng dụng, mong muốn dùng các hỗn hợp thể đàn hồi để tối ưu hóa các đặc tính cơ học của hỗn hợp gốc và/hoặc sản phẩm cao su lưu hóa của hỗn hợp gốc. Các hỗn hợp thể đàn hồi có thể được tạo ra bằng cách trộn khô hai polyme với nhau. Theo cách khác, hỗn hợp có thể được tạo ra bằng cách đông đông tụ hỗn hợp của các latec thể đàn hồi (xem, ví dụ, US 4271213) hoặc bằng cách thu hồi hỗn hợp polyme từ hỗn hợp của latec thể đàn hồi và dung dịch chứa polyme thứ hai (xem, ví dụ, US 5753742).

US 6521691 đề cập đến phương pháp sản xuất hỗn hợp gốc theo công nghệ ướt, trong đó hai nhũ tương polyme và huyền phù chứa chất độn có thể được kết hợp và tiếp theo được làm đông tụ để thu được hỗn hợp gốc. Tương tự, US 6800126 đề cập đến kết tập muối than có thể được trộn với dầu và latec thể đàn hồi có trọng lượng phân tử thấp để thu được hỗn hợp sơ chế, hỗn hợp sơ chế thu được có thể được kết hợp với nhũ tương của thể đàn hồi trên cơ sở điện. Sau đó, hợp thể của thể đàn hồi và muối than được thu hồi từ hỗn hợp. US 4578411 đề cập đến phương pháp, trong đó latec thể đàn hồi, dung dịch chứa thể đàn hồi, và chất độn được kết hợp, tiếp theo hợp thể của hai thể đàn hồi này với chất độn được thu hồi. Tuy nhiên, tất cả các tài liệu tham khảo này chỉ đề cập đến sự kết hợp của chất độn với thể đàn hồi và bước đông tụ latec trong các công đoạn xử lý riêng rẽ. Giữa hai công đoạn xử lý này, chất độn có thể kết bông trong nhũ tương gây hại cho sự phân bố đều của nó trong hợp thể cuối.

Hợp thể đàn hồi chứa silic oxit hoặc hạt có các vùng hoặc pha silic oxit đã được tạo ra. Ví dụ, US 6028137 (và các patent liên quan) mô tả hợp thể đàn hồi chứa thể đàn hồi và muối than được xử lý bằng silic và, tùy ý, chất kết hợp. Muối than được xử lý bằng silic là kết tập, trong đó các góc chứa silic được phân bố thông qua ít nhất một phần kết tập muối than và tạo thành phần gắn liền với muối than. US 6028137 và các patent liên quan nói chung đề cập đến việc sử dụng muối than được xử lý bằng silic để tạo ra hỗn hợp gốc trộn khô. Việc sử dụng muối than được xử lý bằng silic tỏ ra có triển vọng

trong các hợp thể đàn hồi, nhưng vẫn mong muốn cải thiện hơn nữa về đặc tính của vật phẩm được tạo ra từ các hợp thể đàn hồi này.

Khi sử dụng muội than được xử lý bằng silic (cũng như chất độn chứa silic oxit khác) trong quy trình sản xuất hỗn hợp gốc theo công nghệ ướt, bao gồm việc sử dụng thiết bị phản ứng đông tụ, người ta kỳ vọng rằng việc sử dụng muội than được xử lý bằng silic sẽ phát huy được các ưu điểm của muội than này như đã được nêu trong các patent đã biết. Tuy nhiên, thực tế thấy rằng không thể đạt được các ưu điểm kỳ vọng này. Ví dụ, độ mòn ta-lông làm bằng hợp thể đàn hồi được tạo ra bằng cách sử dụng muội than được xử lý bằng silic là không bằng với khi sử dụng chất độn muội than, như muội than N134 hoặc N234, thậm chí khi sử dụng quy trình đông tụ trộn ướt trong US 6075084. Điều này là khó hiểu vì thường vẫn cho rằng việc sử dụng thiết bị phản ứng đông tụ trộn ướt và việc trộn chất lỏng thứ nhất chứa latec thể đàn hồi với chất lỏng thứ hai chứa muội than được xử lý bằng silic bằng áp lực sẽ làm cho quy trình này có được các ưu điểm giống với các ưu điểm đạt được khi sử dụng muội than. Trong các nghiên cứu này, các chất phụ gia được sử dụng trong việc tạo ra hợp thể đàn hồi bao gồm chất kết hợp để tăng cường sự tương tác của muội than được xử lý bằng silic với thể đàn hồi và chất chống oxy hóa để làm giảm thiểu sự thoái biến thể đàn hồi do oxy hóa trong quá trình xử lý và cất giữ.

Do đó, cần khắc phục các vấn đề tồn tại trong việc sản xuất hợp thể đàn hồi chứa chất độn chứa silic oxit để dùng trong quy trình sản xuất hỗn hợp gốc theo công nghệ ướt, như quy trình sử dụng thiết bị phản ứng đông tụ, nhằm thu được các đặc tính có lợi thường vẫn đạt được bằng cách sử dụng quy trình sản xuất hỗn hợp gốc theo công nghệ ướt, như các quy trình sử dụng thiết bị phản ứng đông tụ.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Mục đích của sáng chế là đề xuất các phương pháp sản xuất hợp thể đàn hồi bằng cách sử dụng quy trình sản xuất hỗn hợp gốc theo công nghệ ướt cho phép sử dụng chất độn chứa silic oxit, chất kết hợp, và ít nhất một chất phụ gia bổ sung, như chất chống oxy hóa, mà vẫn đạt được các đặc tính, tính năng mong muốn.

Các mục đích tiếp theo và các ưu điểm của sáng chế sẽ được nêu trong phần mô tả dưới đây, và phần nào sẽ trở nên rõ ràng qua phần mô tả này, hoặc có thể biết được qua thực tế sáng chế. Các mục đích và các ưu điểm khác của sáng chế sẽ được hiểu rõ và đạt

được bằng các thành phần và hỗn hợp được chỉ ra cụ thể trong bản mô tả và các điểm yêu cầu bảo hộ kèm theo.

Để đạt được các ưu điểm này và khác, và theo mục đích của sáng chế, như được thể hiện và đã được mô tả một cách khái quát trong bản mô tả này, sáng chế đề cập đến sự bố trí hoặc sự đưa vào có kiểm soát và chọn lọc chất kết hợp và chất phụ gia bổ sung, như chất chống oxy hóa, trong quy trình sản xuất hỗn hợp gốc theo công nghệ ươm tạo ra hợp thể đàn hồi.

Ví dụ, sáng chế đề cập đến phương pháp sản xuất hợp thể đàn hồi bằng quy trình trộn ươm. Phương pháp này bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, việc kết hợp chất lỏng thứ nhất chứa latec đàn hồi với chất lỏng thứ hai chứa chất độn dạng hạt chứa silic oxit trong vùng trộn của thiết bị phản ứng đồng tụ. Nhằm mục đích sáng chế, cần phải hiểu rằng thiết bị phản ứng đồng tụ không dùng để chỉ phản ứng hoá học nhất thiết xảy ra trong thiết bị phản ứng đồng tụ. Thiết bị phản ứng đồng tụ bao gồm buồng (ví dụ, buồng trộn), trong đó chất lỏng thứ nhất và chất lỏng thứ hai được kết hợp hoặc được trộn cùng với nhau sao cho latec đồng tụ. Trong đơn này, buồng hoặc buồng trộn đôi khi được gọi là vùng trộn của thiết bị phản ứng đồng tụ. Phương pháp này còn bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, bước đưa ít nhất một chất kết hợp và bước đưa ít nhất một chất phụ gia bổ sung, như chất chống oxy hóa, trong quá trình sản xuất hợp thể đàn hồi, sao cho chất độn chứa silic oxit tiếp xúc với chất kết hợp trước khi chất độn chứa silic oxit tiếp xúc với chất phụ gia bổ sung.

Ngoài ra, sáng chế cũng đề cập đến phương pháp sản xuất hợp thể đàn hồi, bao gồm các bước, nhưng không chỉ giới hạn ở, nạp dòng liên tục chất lỏng thứ nhất chứa latec đàn hồi vào thiết bị phản ứng đồng tụ; và nạp dòng liên tục chất lỏng thứ hai chứa chất độn dạng hạt chứa silic oxit bằng áp lực vào thiết bị phản ứng đồng tụ để tạo ra hỗn hợp chứa latec thể đàn hồi. Tốt hơn là, chất độn dạng hạt chứa silic oxit có tác dụng làm đồng tụ latec thể đàn hồi. Ngoài ra, tốt hơn là, chất lỏng thứ hai được nạp vào chất lỏng thứ nhất trong thiết bị phản ứng đồng tụ với lực đủ mạnh để làm đồng tụ ít nhất một phần latec thể đàn hồi với chất độn dạng hạt chứa silic oxit trong thiết bị phản ứng đồng tụ. Phương pháp còn bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, bước đưa ít nhất một chất kết hợp và bước đưa ít nhất một chất phụ gia bổ sung, như chất chống oxy hóa, sao cho chất độn dạng hạt chứa silic oxit tiếp xúc với chất kết hợp trước khi chất độn chứa silic oxit tiếp xúc với chất phụ gia bổ sung.

Ngoài ra, sáng chế còn đề cập đến phương pháp sản xuất hợp thể đàn hồi bằng quy trình trộn ướt bằng cách sử dụng một công đoạn bổ sung latec. Phương pháp bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, bước kết hợp chất lỏng thứ nhất chứa latec đàn hồi với chất lỏng thứ hai chứa chất độn dạng hạt chứa silic oxit trong vùng trộn. Phương pháp này còn bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, bước đưa ít nhất một chất kết hợp và bước đưa ít nhất một chất phụ gia bổ sung, như chất chống oxy hóa, trong quá trình sản xuất hợp thể đàn hồi, trong đó chất kết hợp và chất phụ gia bổ sung được bổ sung ở gần như cùng một thời điểm trong quá trình này, và trong đó latec thể đàn hồi được đưa vào trong một lần.

Sáng chế cũng đề cập đến phương pháp sản xuất hợp thể đàn hồi bằng cách sử dụng thiết bị phản ứng đông tụ hoặc vùng thiết bị phản ứng đông tụ và một công đoạn bổ sung latec. Phương pháp bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, nạp dòng liên tục chất lỏng thứ nhất chứa latec đàn hồi vào thiết bị phản ứng đông tụ; và nạp dòng liên tục chất lỏng thứ hai chứa chất độn dạng hạt chứa silic oxit bằng áp lực vào thiết bị phản ứng đông tụ để tạo ra hỗn hợp chứa latec thể đàn hồi. Tốt hơn là, chất độn dạng hạt chứa silic oxit có tác dụng làm đông tụ latec thể đàn hồi. Ngoài ra, tốt hơn là, chất lỏng thứ hai được nạp vào chất lỏng thứ nhất trong thiết bị phản ứng đông tụ với lực đủ mạnh để làm đông tụ ít nhất một phần latec thể đàn hồi với chất độn dạng hạt chứa silic oxit trong thiết bị phản ứng đông tụ. Phương pháp còn bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, bước đưa ít nhất một chất kết hợp và bước đưa ít nhất một chất phụ gia bổ sung, như chất chống oxy hóa, trong quá trình tạo ra hợp thể đàn hồi, trong đó chất kết hợp và chất phụ gia bổ sung được đưa vào gần như cùng một thời điểm và trong đó latec thể đàn hồi được đưa vào trong một lần.

Ngoài ra, sáng chế đề cập đến phương pháp sản xuất hợp thể đàn hồi bằng quy trình trộn ướt và sử dụng nhiều công đoạn bổ sung latec. Phương pháp bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, bước kết hợp chất lỏng thứ nhất chứa latec đàn hồi với chất lỏng thứ hai chứa chất độn dạng hạt chứa silic oxit trong vùng trộn. Phương pháp này còn bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, bước đưa ít nhất một chất kết hợp và bước đưa ít nhất một chất phụ gia bổ sung, như chất chống oxy hóa, trong quá trình tạo ra hợp thể đàn hồi, trong đó chất kết hợp và chất phụ gia bổ sung được bổ sung ở gần như cùng một thời điểm trong quá trình này, và trong đó latec thể đàn hồi được đưa vào làm nhiều lần.

Ngoài ra, sáng chế đề cập đến phương pháp sản xuất hợp thể đàn hồi bao gồm các

bước, nhưng không chỉ giới hạn ở, nạp dòng liên tục chất lỏng thứ nhất chứa latec đàn hồi vào thiết bị phản ứng đông tụ; và nạp dòng liên tục chất lỏng thứ hai chứa chất độn dạng hạt chứa silic oxit bằng áp lực vào thiết bị phản ứng đông tụ để tạo ra hỗn hợp chứa latec thể đàn hồi. Tốt hơn là, chất độn dạng hạt chứa silic oxit có tác dụng làm đông tụ latec thể đàn hồi. Ngoài ra, tốt hơn là, chất lỏng thứ hai được nạp vào chất lỏng thứ nhất trong thiết bị phản ứng đông tụ với lực đủ mạnh để làm đông tụ ít nhất một phần latec thể đàn hồi với chất độn dạng hạt chứa silic oxit trong thiết bị phản ứng đông tụ. Phương pháp còn bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, bước đưa ít nhất một chất kết hợp và bước đưa ít nhất một chất phụ gia bổ sung, như chất chống oxy hóa, trong quá trình tạo ra hợp thể đàn hồi, trong đó chất kết hợp và chất phụ gia bổ sung được đưa vào gần như cùng một thời điểm và trong đó latec thể đàn hồi được đưa vào làm nhiều lần.

Sáng chế còn đề cập đến hợp thể đàn hồi được tạo ra từ một hoặc nhiều quy trình bất kỳ theo sáng chế. Sáng chế đề cập đến vật phẩm được làm từ hoặc chứa hợp thể đàn hồi theo sáng chế.

Ngoài ra, sáng chế đề cập đến hợp thể đàn hồi chứa ít nhất một thể đàn hồi, muối than được xử lý bằng silic, ít nhất một chất kết hợp, và ít nhất một chất phụ gia bổ sung, như chất chống oxy hóa. Tốt hơn là, thể đàn hồi là cao su thiên nhiên hoặc bao gồm cao su thiên nhiên. Muối than được xử lý bằng silic có thể có mặt với lượng nằm trong khoảng từ 40 đến 60 phr hoặc các lượng khác. Khi được lưu hóa bằng cách làm nóng trong máy ép nóng được bố trí ở 150°C trong thời gian được xác định bởi lưu biến kế cao su thông thường (tức là, $T_{90} + 10\% T_{90}$, trong đó T_{90} là thời gian để đạt được độ lưu hóa 90%), hợp thể đàn hồi này có tan delta, được đo ở 60°C , nhỏ hơn 0,130. Ví dụ, tan delta có thể cao đặc biệt là 0,120, 0,110, hoặc 0,100.

Ngoài ra, sáng chế còn đề cập đến hợp thể đàn hồi chứa ít nhất một thể đàn hồi, ít nhất một chất độn dạng hạt chứa silic oxit, ít nhất một chất kết hợp, và ít nhất một chất phụ gia bổ sung, như chất chống oxy hóa. Tốt hơn là, latec thể đàn hồi bao gồm latec cao su thiên nhiên. Chất độn chứa silic oxit có thể có mặt với lượng nằm trong khoảng từ 40 đến 90 phr (hoặc các lượng khác). Hợp thể đàn hồi có tỷ lệ T_{300}/T_{100} :tan delta (tan delta được đo ở 60°C) nằm trong khoảng từ 47 đến 70, ví dụ, nằm trong khoảng từ 50 đến 55, nằm trong khoảng từ 55 đến 60, nằm trong khoảng từ 60 đến 65, hoặc nằm trong khoảng từ 65 đến 70.

Sáng chế còn đề cập đến hợp thể đàn hồi chứa ít nhất một thể đàn hồi, ít nhất một chất độn dạng hạt chứa silic oxit, ít nhất một chất kết hợp, và ít nhất một chất phụ gia bổ sung, như chất chống oxy hóa. Chất độn chứa silic oxit có thể có mặt với lượng nằm trong khoảng từ 10 đến 90 phr (hoặc các lượng khác). Nếu chất phụ gia bổ sung là chất chống oxy hóa, thì hợp thể đàn hồi thu được, chứa chất chống oxy hóa tự do với lượng ít nhất 70% khối lượng của chất chống oxy hóa có mặt trong hợp thể này, ví dụ, từ 75% đến 90%, từ 80% đến 95%, hoặc từ 85% đến 99%.

Cần phải hiểu rằng cả phần mô tả chung trên đây lẫn phần mô tả chi tiết dưới đây được lấy làm ví dụ và chỉ nhằm mục đích minh họa và được dùng để giải thích thêm sáng chế như được yêu cầu bảo hộ.

Các hình vẽ kèm theo được kết hợp vào và tạo nên một phần của đơn này, minh họa các dấu hiệu khác nhau của sáng chế và cùng với bản mô tả, dùng để giải thích nguyên tắc của sáng chế.

Mô tả vắn tắt các hình vẽ

Fig.1 là hình vẽ dạng sơ đồ công nghệ minh họa các bước của quy trình có thể được sử dụng trong các quy trình theo sáng chế.

Fig.1a là sơ đồ của thiết bị điều chế hỗn hợp gốc thể đàn hồi theo một ví dụ của sáng chế.

Fig.2 là sơ đồ công nghệ minh họa thiết bị và phương pháp điều chế hỗn hợp gốc thể đàn hồi theo một ví dụ của sáng chế.

Fig.3 là sơ đồ công nghệ của một phần trong dây chuyền sản xuất hỗn hợp gốc được mô tả trên Fig.2 thể hiện một phần thiết bị hóa hợp liên tục của Fig.2 theo một phương án lựa chọn khác của sáng chế.

Fig.4 là đồ thị thể hiện sự tương tác của muội than được xử lý bằng silic hoặc muội than với chất kết hợp và các chất phụ gia chất chống oxy hóa.

Fig.5 là đồ thị thể hiện sự tương tác của chất độn silic oxit với chất kết hợp và chất chống oxy hóa các chất phụ gia.

Mô tả chi tiết sáng chế

Sáng chế đề cập đến việc đưa một cách có chọn lọc hoặc có tính chiến lược ít nhất

một chất kết hợp và ít nhất một chất phụ gia bổ sung, như chất chống oxy hóa, vào chế phẩm hợp thể đàn hồi, bao gồm ít nhất một chất độn chứa silic oxit và ít nhất một latec thể đàn hồi. Nếu không có việc đưa vào một cách có chọn lọc hoặc có tính chiến lược ít nhất một chất kết hợp và ít nhất một chất phụ gia bổ sung, như ít nhất một chất chống oxy hóa, thì việc sử dụng chất độn chứa silic oxit trong quy trình sản xuất hỗn hợp gốc theo công nghệ ướt, như quy trình sử dụng thiết bị phản ứng đông tụ hoặc buồng đông tụ hoặc buồng trộn khác của thiết bị để tiến hành quy trình đông tụ trộn ướt, sẽ không dẫn đến các đặc tính có lợi cần đạt được bằng quy trình như vậy. Ngoài ra, bằng sáng chế này và việc đưa một cách có chọn lọc hoặc có tính chiến lược ít nhất một chất kết hợp và ít nhất một chất phụ gia bổ sung, như ít nhất một chất chống oxy hóa, vào quy trình sản xuất hỗn hợp gốc theo công nghệ ướt bao gồm ít nhất một chất độn chứa silic oxit và ít nhất một latec thể đàn hồi, thậm chí có thể đạt được các đặc tính cải thiện hơn so với những gì mong đợi với quy trình như vậy, và do đó đạt được đặc tính tính năng trước đó không thể đạt được bằng cách sử dụng công nghệ này.

Nhằm mục đích sáng chế, thuật ngữ “chất phụ gia bổ sung” như được sử dụng trong bản mô tả này là chất phụ gia được bổ sung vào latec thể đàn hồi và không phải là thể đàn hồi hoặc chất độn. Ngoài chất độn, “chất phụ gia bổ sung” sẽ có mặt và thể đàn hồi có mặt. Ví dụ, “chất phụ gia bổ sung” có thể là một hoặc nhiều chất chống oxy hóa. “Chất phụ gia bổ sung” có thể là một hoặc nhiều chất ức chế thoái biến. Theo phương án này, “chất phụ gia bổ sung” có thể là chất xử lý và/hoặc chất độn và chất tương tự sẽ cạnh tranh với chất kết hợp và nhờ đó ngăn không cho chất kết hợp dính vào từ chất độn. Trong phần mô tả chi tiết dưới, một ví dụ về “chất phụ gia bổ sung” được đề cập, tức là, chất chống oxy hóa, nhưng cần phải hiểu rằng, chất này chỉ nhằm mục đích ví dụ.

Cụ thể hơn, đã phát hiện ra với sáng chế này để tạo ra hợp thể đàn hồi thông qua quy trình sản xuất hỗn hợp gốc theo công nghệ ướt, bằng cách sử dụng ít nhất một chất chống oxy hóa, ít nhất một chất kết hợp, và chất độn chứa silic oxit, nếu chất chống oxy hóa bị tiếp xúc, dính, hoặc phản ứng với chất độn chứa silic oxit với sự không có mặt của chất kết hợp, điều này có thể dẫn đến việc làm giảm đặc tính tính năng của hợp thể đàn hồi. Dù không muốn bị ràng buộc bởi lý thuyết cụ thể bất kỳ, đã cho rằng nếu chất chống oxy hóa được cho tiếp xúc với chất độn chứa silic oxit mà không có sự cạnh tranh bất kỳ với chất kết hợp, chất chống oxy hóa này có khả năng ngăn ngừa chất kết hợp

không bị dính vào các vị trí phản ứng của chất độn chứa silic oxit và vì vậy hầu như ngăn ngừa các ưu điểm đạt được bằng chất kết hợp kết hợp với chất độn chứa silic oxit.

Với sáng chế, về cơ bản hai phương pháp đã được mô tả đối với phát hiện nay. Thứ nhất, hợp thể đàn hồi có thể được tạo ra trong quy trình sản xuất hỗn hợp gốc theo công nghệ trộn ướt hoặc ướt, trong đó chất lỏng thứ nhất, bao gồm ít nhất latex thể đàn hồi, được trộn với chất lỏng thứ hai chứa ít nhất chất độn dạng hạt chứa silic oxit để tạo ra hợp thể đàn hồi, trong đó chất kết hợp được đưa vào theo cách sao cho chất độn chứa silic oxit tiếp xúc với chất kết hợp trước khi chất độn chứa silic oxit tiếp xúc với chất chống oxy hóa. Bằng cách sử dụng quy trình này, cho phép chất kết hợp dính, phản ứng, hoặc theo cách khác tiếp xúc với chất độn chứa silic oxit mà không kèm theo sự cạnh tranh bất kỳ với chất chống oxy hóa và, do đó, các ưu điểm đầy đủ của sự tương tác chất kết hợp-chất độn chứa silic oxit có thể đạt được. Phương pháp này có thể được xem là quy trình tuần tự hoặc việc bổ sung tuần tự đối với chất kết hợp và chất chống oxy hóa.

Phương pháp thứ hai bao gồm việc sản xuất hợp thể đàn hồi trong quy trình sản xuất hỗn hợp gốc theo công nghệ trộn ướt hoặc ướt, trong đó chất lỏng thứ nhất chứa ít nhất latex thể đàn hồi được kết hợp với chất lỏng thứ hai chứa ít nhất chất độn dạng hạt chứa silic oxit để tạo ra hợp thể đàn hồi, và ít nhất một chất kết hợp và ít nhất một chất chống oxy hóa được đưa vào trong phương pháp này sao cho chất kết hợp và chất chống oxy hóa được bổ sung ở gần như cùng một thời điểm. Theo phương pháp này, chất kết hợp có sự cạnh tranh tiềm năng với chất chống oxy hóa, nhưng ngang bằng hoặc gần như ngang bằng với chất chống oxy hóa, chất kết hợp có khả năng tương tác với chất độn chứa silic oxit để đạt được các ưu điểm về đặc tính mong muốn với quy trình trộn ướt. Sự gây trở ngại của chất chống oxy hóa có mặt cho chất kết hợp là nhỏ hơn nhiều so với khi có chất chống oxy hóa được đưa vào trước tiên và tiếp xúc với chất độn chứa silic oxit trước tiên mà không kèm theo sự cạnh tranh bất kỳ với chất kết hợp.

Đối với chất độn chứa silic oxit, một hoặc nhiều loại chất độn chứa silic oxit có thể được sử dụng trong quy trình bất kỳ của sáng chế. Như nêu trên, chất lỏng thứ hai chứa hoặc bao gồm chất độn dạng hạt chứa silic oxit. "Chất lỏng thứ hai" này có thể được đưa vào trên cơ sở liên tục, bán liên tục, hoặc theo mẻ. Nhằm mục đích của quy trình bất kỳ theo sáng chế, "chất lỏng thứ hai" có thể được đưa vào qua một cửa nạp hoặc điểm phun hoặc qua nhiều hơn một cửa nạp hoặc điểm phun.

Nhằm mục đích sáng chế, chất độn chứa silic oxit bao gồm chất độn bất kỳ chứa silic oxit với lượng ít nhất 0,1% khối lượng, tính theo phần trăm khối lượng của chất độn. Chất độn chứa silic oxit có thể chứa silic oxit với lượng ít nhất 0,3% khối lượng, ít nhất 0,5% khối lượng, ít nhất 1% khối lượng, ít nhất 5% khối lượng, ít nhất 7,5% khối lượng, ít nhất 10% khối lượng, ít nhất 15% khối lượng, ít nhất 17,5% khối lượng, ít nhất 20% khối lượng, ít nhất 25% khối lượng, ít nhất 30% khối lượng, ít nhất 35% khối lượng, ít nhất 40% khối lượng, ít nhất 50% khối lượng, ít nhất 60% khối lượng, ít nhất 70% khối lượng, ít nhất 80% khối lượng, ít nhất 90% khối lượng, hoặc từ 0,1% khối lượng đến 100% khối lượng, từ 2% khối lượng đến 100% khối lượng, từ 5% khối lượng đến 99% khối lượng, từ 10% khối lượng đến 90% khối lượng, từ 15% khối lượng đến 90% khối lượng, từ 15% khối lượng đến 50% khối lượng, từ 15% khối lượng đến 35% khối lượng, hoặc nhỏ hơn hoặc bằng 50% khối lượng và các trị số phần trăm khối lượng khác bất kỳ, tất cả các trị số phần trăm khối lượng này được tính theo tổng khối lượng của chất độn chứa oxit silic. Chất độn chứa oxit silic có thể là hoặc bao gồm oxit silic kết tủa, oxit silic hun khói, muối than được phủ oxit silic, và/hoặc muối than đã được xử lý bằng silic. Bất kỳ trong số các chất độn chứa oxit silic có thể được tạo chức hoá học, như để có các nhóm hóa học đã được gắn, như các nhóm hữu cơ đã được gắn. Sự kết hợp bất kỳ của các chất độn chứa oxit silic có thể được sử dụng. Ngoài ra, chất độn chứa oxit silic có thể được sử dụng kết hợp với, như một phương án tùy chọn, chất độn không chứa oxit silic bất kỳ, như muối than.

Trong muối than đã được xử lý bằng silic, các dạng chứa silic, như oxit hoặc cacbua của silic, được phân bố qua ít nhất một phần của kết tập muối than như một phân bên trong của muối than. Các muối than thông thường tồn tại dưới dạng các kết tập, với mỗi kết tập gồm một pha duy nhất, là cacbon. Pha này có thể tồn tại dưới dạng vi tinh thể graphit và/hoặc cacbon vô định hình, và thường là hỗn hợp của cả hai dạng này. Các kết tập muối than có thể được cải biến bằng cách kết lắng các dạng chứa silic, như oxit silic, trên ít nhất một phần của bề mặt của các kết tập muối than. Kết quả có thể được mô tả như các muối than được phủ silic.

Các chất liệu được mô tả ở đây dưới dạng các muối than đã được xử lý bằng silic là không gồm các kết tập muối than đã được phủ hoặc được cải biến, mà thực tế là thể hiện một dạng khác của kết tập có hai pha. Một pha là cacbon vẫn trình bày dưới dạng vi tinh thể graphit và/hoặc cacbon vô định hình, trong khi pha thứ hai là oxit silic (và có thể

là các dạng chứa silic khác). Do đó, pha của dạng chứa silic của muội than đã được xử lý bằng silic là một phần bên trong của kết tập; nó được phân bố trong toàn bộ ít nhất một phần của kết tập. Nhiều muội than đã được xử lý bằng silic là có bán sẵn từ hãng Cabot Corporation dưới nhãn hiệu hàng hóa Ecoblack™. Cần phải hiểu rằng các kết tập nhiều pha là tương đối khác so với các muội than được phủ oxit silic đã được đề cập ở trên, nó gồm các kết tập muội than một pha duy nhất, đã được tạo hình trước có các dạng chứa silic được kết lắng trên bề mặt của chúng. Các muội than như vậy có thể được xử lý bề mặt để tạo nhóm chức oxit silic trên bề mặt của kết tập muội than như đã được mô tả trong, ví dụ, US 6929783.

Muội than đã được xử lý bằng silic có thể có các vùng chứa silic chủ yếu là ở bề mặt kết tập của muội than, nhưng vẫn có một phần của muội than và/hoặc muội than đã được xử lý bằng silic có thể có các vùng chứa silic được phân bố trong toàn bộ kết tập muội than. Muội than đã được xử lý bằng silic có thể được oxy hóa. Muội than đã được xử lý bằng silic có thể chứa silic với lượng nằm trong khoảng từ 0,1% đến 50% khối lượng, tính theo khối lượng của muội than đã được xử lý bằng silic. Các hàm lượng này có thể nằm trong khoảng từ 0,5% khối lượng đến 25% khối lượng, từ 1% khối lượng đến 15% khối lượng silic, từ 2% khối lượng đến 10% khối lượng, từ 3% khối lượng đến 8% khối lượng, từ 4% khối lượng đến 5% khối lượng hoặc đến 6% khối lượng, tất cả các hàm lượng này được tính theo khối lượng của muội than đã được xử lý bằng silic.

Người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật này sẽ công nhận rằng, không tính đến hàm lượng silic của muội than được xử lý bằng silic, bề mặt của hạt cũng có thể chứa silic oxit và muội than với các lượng khác nhau. Ví dụ, diện tích bề mặt của muội than được xử lý bằng silic có thể bao gồm từ 5% đến 95% silic oxit, ví dụ, từ 10% đến 90%, từ 15% đến 80%, từ 20% đến 70%, từ 25% đến 60%, từ 30% đến 50%, hoặc từ 35% đến 40%, ví dụ, đến 20% hoặc đến 30% silic oxit. Lượng silic oxit ở bề mặt có thể được xác định bởi sự khác nhau giữa diện tích bề mặt của các hạt này như được đo bằng chỉ số iot (ASTM D-1510) và độ hấp phụ nitơ (tức là, BET, ASTM D6556).

Huyền phù chứa chất độn dạng hạt ("chất lỏng thứ hai") có thể được sản xuất theo kỹ thuật bất kỳ mà người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật này đã biết. Trong phương pháp được lấy làm ví dụ bằng cách chất độn chứa silic oxit, như các viên, chất độn có thể được kết hợp với nước, và hỗn hợp thu được được cho đi qua qua máy nghiền keo, máy nghiền ống, hoặc thiết bị tương tự để tạo ra chất lỏng phân tán. Sau đó,

chất lỏng này được cho tới thiết bị làm đồng nhất có tác dụng phân tán chất độn mịn hơn trong chất mang lỏng để tạo ra huyền phù. Thiết bị làm đồng nhất được lấy làm ví dụ bao gồm nhưng không chỉ giới hạn ở hệ thiết bị Microfluidizer® có bán trên thị trường ở Microfluidics International Corporation (Newton, Mass., USA). Cũng thích hợp là các thiết bị làm đồng nhất như các thiết bị làm đồng nhất có các Series MS 18, MS45 và MC120 có bán ở APV Homogenizer Division of APV Gaulin, Inc. (Wilmington, Mass., USA). Các thiết bị làm đồng nhất thích hợp khác đều có bán trên thị trường và sẽ dễ dàng biết được đối với người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực khi đọc bản mô tả này. Áp suất vận hành tối ưu trong thiết bị làm đồng nhất có thể phụ thuộc vào thiết bị thực tế, hỗn hợp chất độn và hàm lượng chất độn. Để làm ví dụ, thiết bị làm đồng nhất có thể được vận hành ở áp suất nằm trong khoảng từ 10 psi đến 5000 psi hoặc cao hơn, ví dụ, nằm trong khoảng từ 10 psi đến 1000 psi, nằm trong khoảng từ 1000 psi đến 1700 psi, nằm trong khoảng từ 1700 psi đến 2200 psi, nằm trong khoảng từ 2200 psi đến 2700 psi, nằm trong khoảng từ 2700 psi đến 3300 psi, nằm trong khoảng từ 3300 psi đến 3800 psi, nằm trong khoảng từ 3800 psi đến 4300 psi, hoặc nằm trong khoảng từ 4300 psi đến 5000 psi. Tùy thuộc vào phương pháp sản xuất hỗn hợp gốc theo công nghệ ướt được sử dụng, hàm lượng chất độn cao có thể được sử dụng để giảm công việc loại bỏ nước dư hoặc chất mang khác. Theo phương pháp sản xuất hỗn hợp gốc theo công nghệ ướt được ưu tiên được mô tả trong bản mô tả này, khoảng từ 5 đến 30 phần trăm khối lượng chất độn có thể được sử dụng, ví dụ, từ 5 đến khoảng 9 phần trăm khối lượng, từ 9 đến 12 phần trăm khối lượng, từ 12 đến 16 phần trăm khối lượng, từ 16 đến 20 phần trăm khối lượng, từ 20 đến 24 phần trăm khối lượng, từ 24 đến 27 phần trăm khối lượng, hoặc từ 27 đến khoảng 30 phần trăm khối lượng, tính theo phần trăm khối lượng của hỗn hợp gốc. Qua lợi ích của sáng chế, người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực sẽ công nhận rằng hàm lượng chất độn (tính theo phần trăm khối lượng) của huyền phù cần được phối hợp với các biến xử lý khác trong khi quy trình sản xuất hỗn hợp gốc theo công nghệ ướt để đạt được hàm lượng chất độn mong muốn (tính theo phr) trong thành phẩm.

Huyền phù có thể được sử dụng trong việc tạo ra hỗn hợp gốc ngay khi điều chế. Ống dẫn chất lỏng mang huyền phù và thùng chứa tùy ý bất kỳ và các thiết bị tương tự có thể thiết lập hoặc duy trì các điều kiện về cơ bản là duy trì được độ phân tán của chất độn trong huyền phù. Đó là, sự tái kết tụ hoặc lắng đang kể của chất độn dạng hạt trong huyền phù cần được ngăn ngừa hoặc giảm tới mức thực tế hợp lý.

Như được sử dụng trong bản mô tả này, thuật ngữ "kết tập" dùng để chỉ phần dễ phân tán nhỏ nhất của chất độn. Ví dụ, các kết tập muội than được làm bằng các hạt sơ cấp của muội than và nói chung không thể bị vỡ thành các mảnh nhỏ hơn bởi lực cơ học. Như được sử dụng trong bản mô tả này, thuật ngữ "kết tụ" dùng để chỉ nhiều kết tập tiếp xúc vật lý với nhau và được dính vào nhau bởi lực vật lý. Các kết tập này có thể bị vỡ bởi lực cơ học thành các phần hoặc các hạt nhỏ hơn; phần nhỏ hơn này có thể là các kết tập, các kết tập nhỏ hơn, hoặc cả hai loại này.

Đối với "chất lỏng thứ nhất," chứa ít nhất một latec thể đàn hồi, chất lỏng thứ nhất này có thể chứa một hoặc nhiều lactec thể đàn hồi. Các chất lỏng chứa latec thể đàn hồi thích hợp bao gồm cả lactec lẫn hỗn hợp latec thể đàn hồi tự nhiên và tổng hợp. Latec phải là thích hợp đối với quy trình sản xuất hỗn hợp gốc theo công nghệ ướn được chọn và mục đích hoặc ứng dụng dự định của sản phẩm cao su thành phẩm. Cần phải hiểu rằng người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực sẽ có thể lựa chọn latec thể đàn hồi thích hợp hoặc hỗn hợp lactec thể đàn hồi thích hợp để sử dụng trong các phương pháp và thiết bị được mô tả trong bản mô tả này, qua những gì được mô tả trong sáng chế. Các thể đàn hồi được lấy làm ví dụ bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, các cao su, các polyme (ví dụ, các homopolyme, các copolyme và/hoặc các terpolyme) của 1,3-butadien, styren, izopren, isobutylen, 2,3-dialkyl-1,3-butadien, trong đó alkyl có thể là metyl, etyl, propyl, v.v, acrylonitril, etylen, propylen và tương tự. Thể đàn hồi này có thể có nhiệt độ chuyển thủy tinh (T_g), khi đo được bằng phương pháp đo nhiệt lượng quét vi sai (DSC), là nằm trong khoảng từ -120°C đến 0°C . Các ví dụ bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, cao su styren-butadien (SBR), cao su tự nhiên và các dẫn xuất của nó như cao su được clo hóa, polybutadien, polyizopren, poly(styren-co-butadien) và các dẫn xuất được độn dầu của bất kỳ trong số chúng. Các hỗn hợp trộn của bất kỳ trong số các thể đàn hồi nêu trên cũng có thể được áp dụng. Latec có thể trong chất mang lỏng chứa nước. Các cao su tổng hợp thích hợp cụ thể bao gồm: các copolyme gồm khoảng từ 10 tới 70 phần trăm khối lượng styren và khoảng từ 90 tới 30 phần trăm khối lượng butadien như copolyme gồm 19 phần styren và 81 phần butadien, copolyme gồm 30 phần styren và 70 phần butadien, copolyme gồm 43 phần styren và 57 phần butadien và copolyme gồm 50 phần styren và 50 phần butadien; các polyme và các copolyme của các dien liên hợp như polybutadien, polyizopren, polyclopren, và tương tự, và các copolyme của các dien liên hợp như vậy với monome chứa nhóm etylen có

thể trùng hợp được với nó như styren, metyl styren, clostyren, acrylonitril, 2-vinylpyridin, 5-metyl-2-vinylpyridin, 5-etyl-2-vinylpyridin, 2-metyl-5-vinylpyridin, allyl được thể acrylat, vinyl keton, metyl isopropenyl keton, metyl vinyl hoặc là, các axit anphametylen carboxylic và các este và các amit của chúng như axit acrylic và axit amit dialkylacrylic. Cũng thích hợp để sử dụng theo sáng chế là các copolyme của etylen và các anpha olefin cao khác như propylen, 1-buten và 1-penten. Như được nêu ở dưới, hỗn hợp cao su ngoài thể đàn hồi và chất độn và chất kết hợp, còn có thể chứa các chất trợ xử lý khác, các chất độn dầu, các chất chống thoái biến, và/hoặc các chất phụ gia khác.

Lactec cao su thiên nhiên được lấy làm ví dụ bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, mủ latec, latec cô đặc (được sản xuất, ví dụ, bằng cách làm bay hơi, ly tâm hoặc làm lắng), latec bột (ví dụ, dịch nổi bề mặt còn lại sau khi sản xuất latec cô đặc bằng cách ly tâm) và hỗn hợp của hai hoặc nhiều latec bất kỳ theo tỷ lệ bất kỳ. Latec cần phải thích hợp đối với quy trình sản xuất hỗn hợp gốc theo công nghệ ướn được chọn và mục đích hoặc ứng dụng dự định của sản phẩm cao su thành phẩm. Latec được cung cấp thường trong chất mang lỏng chứa nước. Việc lựa chọn latec hoặc hỗn hợp lactec thích hợp sẽ nằm trong khả năng của người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực trên cơ sở xem xét các lợi ích được đưa ra theo sáng chế và các tiêu chí chọn lựa nói chung đã biết rõ trong ngành công nghiệp này.

Các hợp thể đàn hồi có thể được điều chế với hàm lượng chất độn là muối than ít nhất khoảng 40phr (*phần khối lượng cho 100 phần khối lượng hệ cao su*), ít nhất khoảng 50phr, ít nhất khoảng 55phr, ít nhất khoảng 60phr, ít nhất khoảng 65phr, hoặc ít nhất khoảng 70phr, ví dụ, nằm trong khoảng từ 40 đến 70phr, từ 50 đến 75phr, từ 55 đến 80phr, từ 60 đến 85phr, từ 65 đến 90phr, từ 70 đến 90phr, từ 40 đến 60phr, từ 50 đến 65phr, từ 55 đến 80phr, từ 60 đến 90phr, từ 65 đến 80phr, hoặc từ 70 đến 80phr.

Đối với chất kết hợp, một hoặc nhiều chất kết hợp được sử dụng trong quy trình bất kỳ theo sáng chế. Chất kết hợp có thể là hoặc bao gồm một hoặc nhiều chất kết hợp silan, một hoặc nhiều chất kết hợp zirconat, một hoặc nhiều chất kết hợp titanat, một hoặc nhiều chất kết hợp nitro, hoặc sự kết hợp bất kỳ của chúng. Chất kết hợp có thể là hoặc bao gồm bis(3-trietoxysilylpropyl)tetrasulfane (ví dụ, Si 69 của hãng Evonik Industries, Struktol SCA98 của hãng Struktol Company), bis(3-trietoxysilylpropyl)disulfan (ví dụ, Si 75 và Si 266 của hãng Evonik Industries,

Struktol SCA985 của hãng Struktol Company), 3-thioxyanatopropyl-trietoxy silan (ví dụ, Si 264 của hãng Evonik Industries), gama-mercaptopropyl-trimetoxo silan (ví dụ, VP Si 163 của hãng Evonik Industries, Struktol SCA989 của hãng Struktol Company), gama-mercaptopropyl-trietoxy silan (ví dụ, VP Si 263 của hãng Evonik Industries), zircon đineoalkanolatodi(3-mercaptopropionato-O, N,N'-bis(2-metyl-2-nitropropyl)-1,6-diainiohexan, và/hoặc chất kết hợp tương tự về mặt hóa học hoặc có một hoặc nhiều nhóm hóa học tương tự. Ví dụ cụ thể bổ sung về chất kết hợp, theo tên thương mại, bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, VP Si 363 của hãng Evonik Industries. Chất kết hợp có thể có mặt với lượng bất kỳ trong hợp thể đàn hồi. Ví dụ, chất kết hợp có thể có mặt trong hợp thể đàn hồi với lượng ít nhất 0,2 phần cho 100 phần silic oxit (phần khối lượng) trong chất độn chứa silic oxit, từ 0,2 đến 60 phần cho 100 phần silic oxit trong chất độn chứa silic oxit, từ 1 tới 30 phần cho 100 phần silic oxit trong chất độn chứa silic oxit, từ 2 đến 15 phần cho 100 phần silic oxit trong chất độn chứa silic oxit, hoặc từ 5 đến 10 phần cho 100 phần silic oxit trong chất độn chứa silic oxit. Tùy ý, chất kết hợp có thể được sử dụng với lượng từ 7×10^{-7} mol/m² silic oxit đến $1,2 \times 10^{-7}$ mol/m² silic oxit, ví dụ, khoảng 9×10^{-7} mol/m² đến $9,5 \times 10^{-7}$ mol/m² silic oxit, ví dụ, khoảng $9,3 \times 10^{-7}$ mol/m² silic oxit.

Đối với chất chống oxy hóa, một hoặc nhiều chất chống oxy hóa có thể được sử dụng trong quy trình bất kỳ theo sáng chế. Chất chống oxy hóa (ví dụ chất ức chế thoái biến) có thể là chất chống oxy hóa loại amin, chất chống oxy hóa loại phenol, chất chống oxy hóa loại imidazol, muối kim loại của carbamat, (các) para-phenylen điamin và/hoặc (các) dihydrotrimetylquinolin, chất chống oxy hóa quinin đã được polyme hóa, và/hoặc sáp và/hoặc các chất chống oxy hóa khác thường được sử dụng trong các chế phẩm thể đàn hồi. Các ví dụ cụ thể bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, N-(1,3-dimetylbutyl)-N'-phenyl-p-phenylendiamin (6-PPD, ví dụ, ANTIGENE 6C, có bán ở hãng Sumitomo Chemical Co., Ltd. và NOCLAC 6C, có bán ở hãng Ouchi Shinko Chemical Industrial Co., Ltd.), "Ozonon" 6C của hãng Seiko Chemical Co., Ltd., 1,2-dihydro-2,2,4-trimetyl quinolin đã được polyme hóa, (TMQ, ví dụ, Agerite Nhựa D, có bán ở hãng R. T. Vanderbilt), butylhydroxytoluen (BHT), và butylhydroxyanisol (BHA), và các chất tương tự. Các chất chống oxy hóa tiêu biểu khác có thể là, ví dụ, diphenyl-p-phenylendiamin và các chất khác như, ví dụ, đã được mô tả trong ấn phẩm:

The Vanderbilt Rubber Handbook (1978), các trang 344-346, nội dung của nó được đưa vào đây bằng cách viện dẫn.

Chất chống oxy hóa và chất chống ozon hóa là các chất ức chế quá trình thoái biến chung. Các chất ức chế thoái biến được đưa ra làm ví dụ bao gồm các nhóm tạo chức hoá học, như amin, phenol, imidazol, sáp, muối kim loại của imidazol, và các hỗn hợp của chúng. Tập hợp các chất ức chế thoái biến cụ thể được minh họa bao gồm N-isopropyl-N'-phenyl-p-phenylendiamin, N-(1-metylheptyl)-N'-phenyl-p-phenylendiamin, 6-etoxy-2,2,4-trimetyl-1,2-di-hydroquinolin, N,N'-diphenyl-p-phenylendiamin, octylated diphenylamin, 4,4'-bis(a,a'-dimetylbenzyl)diphenylamin, 4,4'-dicumyl-diphenylamin, 2,5-di-tert-butyl-hydroquinon, 2,2'-metylen-bis(4-metyl-6-tert-butylphenol), 2,2'-metylenbis(4-metyl-6-metylxclohexylphenol), 4,4'-thio-bis(3-metyl-6-tert-butylphenol), 4,4'-butyliden-bis(3-metyl-6-tert-butylphenol), tris(nonylated phenyl)phosphit, tris-(2,4-di-t-butylphenyl)phosphit, 2-mercaptobenzimidazol, và kẽm 2-mercaptobenzimidazol. Ví dụ về chúng gồm ít nhất một amin và một imidazol. Tùy ý, quinolin đã được polyme hóa có thể được sử dụng. Các hàm lượng tương đối của các chất chống oxy hóa có thể bao gồm từ 0,5 đến 3 phần amin, từ 0,5 đến 2,5 phần imidazol, và từ 0,5 đến 1,5 phần quinolin đã được polyme hóa tùy ý. Một amin ức chế quá trình thoái biến có thể là 4,4'-bis(alpha-dimetylbenzyl)diphenylamin, imidazol có thể là kẽm 2-mercaptotoluimidazol và quinolin đã được polyme hóa có thể là 1,2-di-hydro-2,2,4-trimetylquinolin đã được polyme hóa. Nói chung, các chất ức chế thoái biến (ví dụ, (các) chất chống oxy hóa thường có mặt với lượng nằm trong khoảng từ 0,1 đến 20 phần khối lượng trên 100 phần khối lượng hệ polyme hoặc cao su (phr). Các hàm lượng thông thường của các chất chống oxy hóa có thể chứa, ví dụ, từ 1 đến khoảng 5phr.

Nói chung, sáng chế đề cập đến phương pháp sản xuất hợp thể đàn hồi bằng cách sử dụng quy trình trộn ướt, quy trình này cũng có thể được gọi là quy trình sản xuất hỗn hợp gốc theo công nghệ ướt. Quy trình trộn ướt hoặc quy trình sản xuất hỗn hợp gốc theo công nghệ ướt có thể tạo ra vụn hỗn hợp gốc. Như nêu trên, sáng chế đề cập đến quy trình trộn ướt hoặc quy trình sản xuất hỗn hợp gốc theo công nghệ ướt trong đó ít nhất một latec thể đàn hồi được kết hợp với chất lỏng chứa ít nhất chất độn chứa silic oxit và việc tạo hỗn hợp của hai chất lỏng này có thể xảy ra trong vùng trộn hoặc buồng bất kỳ, và ngoài ra, quy trình này còn bao gồm bước đưa ít nhất một chất

kết hợp và đưa ít nhất một chất chống oxy hóa vào quy trình. Quy trình này có thể bao gồm việc kết hợp chất lỏng thứ nhất chứa ít nhất latec thể đàn hồi với chất lỏng thứ hai chứa ít nhất chất độn dạng hạt chứa silic oxit và làm cho latec thể đàn hồi đông tụ, nhờ đó tạo ra hỗn hợp gốc, như vụn hỗn hợp gốc. Ít nhất một chất kết hợp và ít nhất một chất chống oxy hóa được đưa vào phương pháp sản xuất hỗn hợp gốc hoặc vụn hỗn hợp gốc ướt hoặc hợp thể đàn hồi ở một hoặc nhiều công đoạn, trong đó ít nhất một chất độn chứa silic oxit và ít nhất một chất chống oxy hóa có thể được đưa vào hợp thể đàn hồi, và trong đó chất độn chứa silic oxit tiếp xúc với chất kết hợp trước khi chất độn chứa silic oxit tiếp xúc với chất chống oxy hóa.

Theo phương án lựa chọn khác (là quy trình khác), hoặc làm bước bổ sung (cho quy trình trên), chất kết hợp và chất chống oxy hóa có thể được bổ sung vào ở gần như cùng một thời điểm.

Trong quy trình bất kỳ theo sáng chế, latec thể đàn hồi có thể được đưa vào trong một lần hoặc có thể được đưa vào làm hai hoặc nhiều lần, như bổ sung gồm nhiều giai đoạn.

Vụn hỗn hợp gốc có thể được sản xuất bằng cách sử dụng quy trình sản xuất hỗn hợp gốc theo công nghệ ướt bất kỳ, bao gồm các quy trình được bàn luận dưới đây và các quy trình như các quy trình đã bộc lộ trong, ví dụ, US 5763388; 6048923; 6841606; 6646028; 7101922; 3335200; và 3403121, và quy trình sản xuất hỗn hợp gốc theo công nghệ ướt khác đã biết đối với người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật này. Nói chung, latec thể đàn hồi chất lỏng và huyền phù chứa hạt được kết hợp, và latec thể đàn hồi là được làm đông tụ để tạo ra vụn hỗn hợp gốc. Vụn hỗn hợp gốc có thể được loại nước để tạo ra sản phẩm đông tụ đã được loại nước.

Một ví dụ cụ thể về quy trình trộn ướt hoặc quy trình sản xuất hỗn hợp gốc theo công nghệ ướt để tạo ra hợp thể đàn hồi hoặc vụn hỗn hợp gốc bao gồm việc nạp dòng liên tục chất lỏng thứ nhất chứa ít nhất latec thể đàn hồi, ví dụ, qua ống cấp latec 903 (Fig.1a), tới thiết bị phản ứng đông tụ (ví dụ, vùng trộn của thiết bị phản ứng đông tụ, ví dụ, vùng trộn 901 của thiết bị phản ứng đông tụ 900 (Fig.1a)). Phương pháp này còn bao gồm việc nạp dòng liên tục chất lỏng thứ hai chứa ít nhất chất độn chứa silic oxit (ví dụ, chất độn dạng hạt chứa silic oxit), nói chung được cấp bằng áp lực, ví dụ, qua một hoặc nhiều đầu phun huyền phù 902, tới thiết bị phản ứng đông tụ để tạo ra hỗn hợp chứa latec

thể đàn hồi. Chất độn dạng hạt này có tác dụng làm đông tụ latec thể đàn hồi và chất lỏng thứ hai được nạp vào chất lỏng thứ nhất trong thiết bị phản ứng đông tụ với lực đủ mạnh để làm đông tụ ít nhất một phần latec thể đàn hồi với chất độn dạng hạt chứa silic oxit trong thiết bị phản ứng đông tụ. Chất lỏng thứ hai được nạp vào chất lỏng thứ nhất nói chung là đủ mạnh để làm đông tụ hoàn toàn hoặc hầu như hoàn toàn latec thể đàn hồi với chất độn dạng hạt chứa silic oxit trong thiết bị phản ứng đông tụ. Phương pháp này còn bao gồm việc đưa ít nhất một chất kết hợp và việc đưa ít nhất một chất chống oxy hóa sao cho chất độn dạng hạt chứa silic oxit tiếp xúc với chất kết hợp trước khi chất độn chứa silic oxit tiếp xúc với chất chống oxy hóa.

Để làm phương pháp lựa chọn khác hoặc ngoài phương pháp nêu trên, phương pháp để hợp thể đàn hồi hoặc vụn hỗn hợp gốc có thể bao gồm việc đưa chất kết hợp và chất chống oxy hóa ở gần như đồng thời hoặc đồng thời. Latec thể đàn hồi, tùy ý, có thể được đưa vào trong một lần, làm hai lần, hoặc làm nhiều lần (ví dụ, bổ sung gồm nhiều công đoạn).

Đối với chất kết hợp, chất kết hợp có thể được đưa vào chất lỏng thứ nhất ở điểm bất kỳ trước thiết bị phản ứng đông tụ hoặc vùng trộn. Chất kết hợp có thể được đưa vào chất lỏng thứ hai ở điểm bất kỳ trước thiết bị phản ứng đông tụ hoặc vùng trộn. Chất kết hợp có thể được đưa vào chất lỏng thứ hai ở điểm bất kỳ trước thiết bị phản ứng đông tụ hoặc vùng trộn và chất chống oxy hóa có thể được đưa vào chất lỏng thứ nhất ở điểm bất kỳ trước thiết bị phản ứng đông tụ hoặc vùng trộn. Chất kết hợp có thể được đưa vào thiết bị phản ứng đông tụ hoặc vùng trộn miễn là chất kết hợp tiếp xúc với chất độn chứa silic oxit trước khi chất độn chứa silic oxit tiếp xúc với chất chống oxy hóa và/hoặc chất kết hợp tiếp xúc với chất độn chứa silic oxit ở gần như cùng một thời điểm khi chất độn chứa silic oxit tiếp xúc với chất chống oxy hóa.

Chất kết hợp có thể được đưa vào hỗn hợp trong vùng trộn (ví dụ, qua ống cấp 904 trên Fig.1a) hoặc sau khi đi ra khỏi vùng trộn, ví dụ, trong bộ phận khuếch tán 905, hoặc sau khi xả hợp thể đàn hồi từ thiết bị phản ứng đông tụ, ví dụ, thiết bị phản ứng đông tụ 900.

Như nêu trên, nói chung, quy trình bất kỳ theo sáng chế có thể bao gồm bước xả dòng gần như liên tục hợp thể đàn hồi ra khỏi thiết bị phản ứng đông tụ hoặc vùng hoặc buồng đông tụ hoặc vùng trộn. Quy trình bất kỳ theo sáng chế có thể còn bao gồm việc

tiến hành một hoặc nhiều bước xử lý thêm sau khi hợp thể đàn hồi đi ra khỏi thiết bị phản ứng đồng tụ. Chất kết hợp có thể được đưa vào một hoặc nhiều bước bất kỳ trong số bước xử lý thêm này và/hoặc chất chống oxy hóa có thể được đưa vào một hoặc nhiều bước bất kỳ trong số các bước xử lý thêm này. Tùy ý, mọi bước trộn khô sau đó hợp thể đàn hồi với thể đàn hồi bổ sung hoặc các thành phần khác có thể được thực hiện để tạo ra hỗn hợp hợp thể đàn hồi.

Ví dụ, trong phương pháp bất kỳ để sản xuất hợp thể đàn hồi bằng cách sử dụng thiết bị phản ứng đồng tụ (hoặc bất kỳ vùng hoặc buồng đồng tụ), phương pháp này có thể còn bao gồm một hoặc nhiều bước sau:

- sau khi đi ra khỏi vùng đồng tụ, một hoặc nhiều bước loại nước có thể được sử dụng để loại nước ra khỏi hỗn hợp để thu được hỗn hợp đã được loại nước;
- sau khi đi ra khỏi vùng đồng tụ, hợp thể đàn hồi, có thể được làm đồng tụ, có thể được trộn hoặc được hóa hợp một hoặc nhiều lần để thu được hỗn hợp hóa hợp;
- sau khi đi ra khỏi vùng đồng tụ, latec thể đàn hồi, có thể được làm đồng tụ ở điểm này, có thể được thực hiện một hoặc nhiều bước nghiền để thu được hỗn hợp nghiền;
- sau khi đi ra khỏi vùng đồng tụ, hợp thể đàn hồi, có thể được làm đồng tụ, có thể được tạo hạt một hoặc nhiều lần và/hoặc còn được trộn một hoặc nhiều lần;
- sau khi đi ra khỏi vùng đồng tụ, hợp thể đàn hồi, có thể được làm đồng tụ, có thể được đóng bao để thu được sản phẩm hoặc hỗn hợp đóng bao;
- hỗn hợp hoặc sản phẩm đóng bao có thể được phá rời để tạo ra hỗn hợp hạt.

Để làm ví dụ tiếp theo, trong sáng chế, trình tự sau của các bước có thể xảy ra và mỗi bước có thể được lặp lại (với chế độ thiết lập giống hoặc khác nhau) nhiều lần:

- loại nước ra khỏi hỗn hợp (ví dụ, hợp thể đàn hồi đi ra khỏi vùng đồng tụ) để thu được hỗn hợp đã được loại nước;
- trộn hoặc hóa hợp hỗn hợp đã được loại nước để thu được hỗn hợp

hóa hợp;

nghiên hỗn hợp hóa hợp để thu được hỗn hợp nghiền (ví dụ, bước nghiền bằng trục lăn);

tạo hạt hoặc trộn hỗn hợp nghiền;

tùy ý đóng bao hỗn hợp sau khi tạo hạt hoặc trộn để thu được hỗn hợp đóng bao;

tùy ý phá rời hỗn hợp đóng bao và trộn.

Trong quy trình bất kỳ theo sáng chế, chất kết hợp có thể được đưa vào trong bước bất kỳ (hoặc trong nhiều bước hoặc nhiều vị trí) miễn là chất kết hợp có cơ hội để được phân tán trong hợp thể đàn hồi và miễn là chất kết hợp ban đầu được đưa vào trước khi và/hoặc ở gần như cùng một thời điểm với chất chống oxy hóa. Ví dụ, chất kết hợp có thể được đưa vào ngay trước và/hoặc trong bước loại nước. Chất kết hợp có thể được đưa vào ngay trước và/hoặc trong bước trộn hoặc hóa hợp (ví dụ, bước trộn liên tục để làm nhuyễn hỗn hợp hoặc trộn hỗn hợp sao cho các bề mặt mới được tạo ra hoặc được lộ ra, sao cho nước tiếp theo có thể được loại bỏ ra khỏi hỗn hợp). Chất kết hợp có thể được đưa vào ngay trước và/hoặc trong bước nghiền (ví dụ, một hoặc nhiều bước nghiền, như bước nghiền bằng trục lăn). Chất kết hợp có thể được đưa vào ngay trước và/hoặc trong bước tạo hạt hoặc trộn. Chất chống oxy hóa có thể được đưa vào ngay trước và/hoặc trong bước loại nước. Chất chống oxy hóa có thể được đưa vào ngay trước và/hoặc trong bước trộn hoặc hóa hợp (ví dụ, bước trộn liên tục để làm nhuyễn hỗn hợp hoặc trộn hỗn hợp sao cho các bề mặt mới được tạo ra hoặc được lộ ra, sao cho nước tiếp theo có thể được loại bỏ ra khỏi hỗn hợp). Chất chống oxy hóa có thể được đưa vào ngay trước và/hoặc trong bước nghiền (ví dụ, một hoặc nhiều bước nghiền, như bước nghiền bằng trục lăn). Chất chống oxy hóa có thể được đưa vào ngay trước và/hoặc trong bước tạo hạt hoặc trộn. Chất chống oxy hóa có thể được đưa vào ngay trước và/hoặc trong bước đóng bao. Trong quy trình, trong đó việc phá rời hỗn hợp đóng bao xảy ra, chất chống oxy hóa có thể được đưa vào ngay trước khi và/hoặc trong khi phá rời hỗn hợp đóng bao và/hoặc được đưa vào ngay trước và/hoặc trong bước trộn bất kỳ sau đó. Trong quy trình, trong đó chất chống oxy hóa được bổ sung vào pha lỏng trong khi trộn ướt, chất chống oxy hóa có thể được bổ sung dưới dạng phân tán trong nước. Sự phân tán như vậy có thể được làm ổn định bằng chất hoạt động bề mặt đã biết đối với người có hiểu biết trung bình

trong lĩnh vực kỹ thuật này, ví dụ, chất phân tán loại axit béo. Sự phân tán của chất chống oxy hóa được lấy làm ví dụ là Aquanox, độ phân tán 50% trong nước của TMQ (2,2,4-trimetyl - 1,2 - dihydroquinolin) của hãng Aquaspersions Ltd. (Halifax, West Yorkshire, England).

Như nêu trên, trong bước xử lý thêm bất kỳ được mô tả trong bản mô tả này, chất kết hợp và chất chống oxy hóa có thể được đưa vào gần như cùng một thời điểm. Nhằm mục đích sáng chế, "gần như cùng một thời điểm" có nghĩa là chất kết hợp và chất chống oxy hóa được đưa vào cùng một vùng hoặc trong cùng (hoặc gần như cùng) một vị trí vật lý của quy trình. Tuy nhiên, việc đưa vào chất kết hợp và chất chống oxy hóa không nhất thiết phải được đưa vào ở cùng một điểm phun. Việc đưa vào chất kết hợp và chất chống oxy hóa có thể xảy ra qua cùng một điểm phun hoặc qua các điểm phun khác nhau. Việc đưa vào chất kết hợp và chất chống oxy hóa có thể xảy ra dưới dạng một chế phẩm (hoặc lỏng) kết hợp hoặc dưới dạng các chế phẩm (hoặc các chất lỏng) riêng rẽ. Ví dụ cụ thể hơn về quy trình, trong đó chất kết hợp và chất chống oxy hóa được đưa vào gần như cùng một thời điểm sẽ là quy trình trong đó chất kết hợp được đưa vào thiết bị phản ứng đồng tụ và chất chống oxy hóa cũng được đưa vào cùng thiết bị phản ứng đồng tụ, ví dụ, chênh nhau trong vòng 1 giây, hoặc ít hơn. Trong ví dụ khác, chất kết hợp và chất chống oxy hóa được đưa vào một hoặc nhiều bước xử lý thêm, như bước loại nước hoặc bước nghiền bằng trục lăn, chênh nhau trong vòng 1 phút hoặc ít hơn, như chênh nhau trong vòng 30 giây hoặc ít hơn, như chênh nhau 10 giây hoặc ít hơn, hoặc như chênh nhau 1 giây hoặc ít hơn. Thời gian này sẽ áp dụng cho điểm xen bất kỳ trong quy trình bất kỳ nhằm mục đích đạt được việc đưa vào chất kết hợp và chất chống oxy hóa ở "gần như cùng một thời điểm."

Cần phải hiểu rằng thuật ngữ "được đưa vào ngay trước khi" có nghĩa là chất kết hợp và/hoặc chất chống oxy hóa được đưa vào ở điểm hoặc điểm phun ngay trước bước xử lý. Ví dụ, nếu chất kết hợp được đưa vào "ngay trước" bước trộn hoặc hóa hợp, thì điều này có nghĩa là không có bước xử lý khác xảy ra giữa bước đưa vào chất kết hợp và bước trộn hoặc hóa hợp.

Trong quy trình bất kỳ theo sáng chế, cần phải hiểu rằng chất kết hợp có thể được đưa vào ở một hoặc nhiều công đoạn và/hoặc chất chống oxy hóa có thể được đưa vào ở một hoặc nhiều công đoạn. Việc đưa vào chất kết hợp và/hoặc chất chống oxy hóa có thể được tiến hành trên cơ sở liên tục, bán liên tục, hoặc theo mẻ. Cũng cần

phải hiểu rằng trong quy trình theo sáng chế đề cập đến việc đưa vào ít nhất một chất kết hợp trước khi và/hoặc ở gần như cùng một thời điểm với chất chống oxy hóa đối với chất độn chứa silic oxit, một khi "quy tắc" này được tuân thủ, hoặc tùy ý, việc đưa vào sau đó tùy ý bất kỳ chất kết hợp tiếp theo và/hoặc chất chống oxy hóa tiếp theo bất kỳ có thể được tiến hành theo trình tự bổ sung bất kỳ thậm chí tới mức sao cho chất chống oxy hóa được bổ sung trước bước bất kỳ để đưa thêm chất kết hợp vào. Ngoài ra, cần phải hiểu rằng việc đưa vào chất kết hợp có thể xảy ra ở một điểm phun hoặc nhiều điểm phun và/hoặc việc đưa vào chất chống oxy hóa có thể xảy ra ở một hoặc nhiều điểm phun. Việc kết hợp bất kỳ là có thể được thực hiện. Ví dụ, chất kết hợp có thể được bổ sung trước khi và/hoặc ở gần như cùng một thời điểm với chất chống oxy hóa để tiếp xúc với chất độn chứa silic oxit, nhưng quy trình này có thể còn bao gồm bước đưa bổ sung chất chống oxy hóa ở công đoạn bất kỳ của quy trình xảy ra sau khi đưa vào đầu tiên chất kết hợp và chất chống oxy hóa.

Fig.1 đưa ra một ví dụ, bằng cách sử dụng biểu đồ khối của các bước khác nhau có thể xảy ra trong quá trình tạo ra hợp thể đàn hồi theo sáng chế. Như được thể hiện trên Fig.1, huyền phù chứa chất độn chứa silic oxit (chất lỏng thứ hai) 800 được đưa vào thiết bị khuếch tán hoặc thiết bị phản ứng đông tụ 805 và chất lỏng chứa latec (chất lỏng thứ nhất) 802 cũng được đưa vào thiết bị khuếch tán hoặc thiết bị phản ứng đông tụ 805. Tùy ý, hợp thể đàn hồi (ví dụ, vụn thể đàn hồi) đi ra khỏi thiết bị khuếch tán hoặc thiết bị phản ứng đông tụ 805 và có thể đi vào vùng loại nước 810; có thể tùy ý đi vào máy trộn/thiết bị hóa hợp liên tục 815; có thể tùy ý đi vào máy nghiền (ví dụ, máy nghiền hở, còn được gọi là máy nghiền bằng trục lăn) 820; có thể còn được nghiền thêm 825 (các điều kiện giống nhau hoặc khác với máy nghiền 820) (như năng lượng đầu vào bằng hoặc cao hơn); có thể tùy ý được trộn bằng máy trộn 830, và/hoặc có thể được tạo hạt bằng cách sử dụng thiết bị tạo hạt 835, và sau đó có thể tùy ý được đóng bao, bằng cách sử dụng máy đóng bao 840, và có thể tùy ý được phá vỡ bằng cách sử dụng máy trộn bổ sung 850. Như được thể hiện trên Fig.1, điểm phun (hoặc bổ sung) A và điểm phun (hoặc bổ sung) B được bố trí khắp trong quy trình. Cần phải hiểu rằng mỗi điểm phun (bổ sung) này, trong đó điểm phun A liên quan đến việc phun hoặc bổ sung chất kết hợp và B liên quan đến việc phun hoặc bổ sung chất phụ gia bổ sung, như chất chống oxy hóa, các điểm phun (bổ sung) được lấy làm ví dụ, và một hoặc nhiều trong số các điểm này có thể được sử dụng cho A và/hoặc B. Sự kết hợp bất kỳ

của các điểm phun (hoặc bổ sung) và số bất kỳ các điểm phun (hoặc bổ sung) có thể được sử dụng miễn là chất kết hợp thứ nhất tiếp xúc với chất độn chứa silic oxit trước khi và/hoặc ở gần như cùng một thời điểm với chất phụ gia bổ sung, như chất chống oxy hóa, tiếp xúc với chất độn chứa silic oxit.

Chi tiết hơn về quy trình sử dụng thiết bị phản ứng đông tụ và các bước xử lý thêm khác được nêu dưới đây và có thể được sử dụng trong quy trình bất kỳ theo sáng chế.

Vụn hỗn hợp gốc có thể được tạo ra trong quy trình dòng liên tục bao gồm hỗn hợp của latec thể đàn hồi và chất lỏng chứa chất độn dạng hạt chứa silic oxit ở điều kiện chảy rối và các điều kiện kiểm soát dòng đủ để đạt được sự đông tụ thậm chí không cần sử dụng chất làm đông tụ truyền thống. Các phương pháp như vậy đã được bộc lộ, ví dụ, trong US 6048923. Vấn đề, phương pháp được lấy làm ví dụ để điều chế vụn hỗn hợp gốc bao gồm việc nạp đồng thời huyền phù chứa chất độn và chất lỏng chứa latec cao su hoặc chất lỏng chứa thể đàn hồi thích hợp khác vào vùng trộn của thiết bị phản ứng đông tụ. Vùng đông tụ kéo dài từ vùng trộn, tốt hơn là có diện tích tiết diện tăng một cách tuần tự theo hướng xuôi dòng từ đầu vào đến đầu xả. Tốt hơn là, huyền phù được nạp vào vùng trộn dưới dạng phun chất lỏng liên tục, vận tốc cao, ví dụ, 60-100 m/s, trong khi chất lỏng chứa latec cao su thiên nhiên (và/hoặc latec khác) được cấp với vận tốc tương đối thấp. Tốc độ dòng với vận tốc cao và nồng độ hạt, ví dụ, 10-17 phần trăm khối lượng, huyền phù chứa chất độn là đủ để gây ra việc trộn và chuyển dịch cao của chất lỏng chứa latec, dòng chảy rối của hỗn hợp này trong ít nhất phần bên trên của vùng đông tụ, và làm đông tụ gần như hoàn toàn latec thể đàn hồi trước khi đến đầu xả. Do vậy, sự đông tụ gần như hoàn toàn có thể đạt được mà không cần có chất làm đông tụ là axit hoặc muối, nhưng chất này có thể tùy ý được sử dụng ở điểm này.

Sau khi làm đông tụ gần như hoàn toàn chất lỏng chứa latec thể đàn hồi và hạt, vụn hỗn hợp gốc dưới dạng "con giun" hoặc các viên nhỏ được tạo ra và xả ra từ đầu xả của thiết bị phản ứng đông tụ dưới dạng dòng hầu như không thay đổi đồng thời với việc đang nạp dòng huyền phù chứa latec và chất độn vào vùng trộn của thiết bị phản ứng đông tụ. Đáng chú ý là, các điều kiện dòng "kiểu tắc" và áp suất khí quyển hoặc gần với khí quyển ở đầu xả của thiết bị phản ứng đông tụ là rất có lợi trong việc tạo

điều kiện thuận lợi cho việc kiểm soát và thu gom sản phẩm hợp thể đàn hồi, như đối với bước xử lý trung gian hoặc tiếp theo sau đó. Vụn hỗn hợp gốc được tạo ra và sau đó được tạo thành ra sản phẩm ép đùn mong muốn, ví dụ, chứa khoảng 70-85% hàm lượng nước. Sau khi điều chế, vụn hỗn hợp gốc có thể được cho đi qua thiết bị làm khô và hóa hợp thích hợp.

Để làm ví dụ, trên Fig.2 và Fig.3, vụn hỗn hợp gốc được cho đi từ thiết bị phản ứng đông tụ 14 đến phương tiện vận chuyển 101, có thể cho tự rơi đơn giản hoặc thiết bị thích hợp khác đến máy ép đùn loại nước 40. Máy ép đùn loại nước thích hợp là đã biết và có bán trên thị trường ở, ví dụ, công ty French Oil Mill Machinery Co. (Piqua, Ohio, USA). Nước được xả ra từ máy ép đùn loại nước 40 qua dòng thải 43.

Máy ép đùn loại nước có thể làm cho hàm lượng nước của vụn hỗn hợp gốc cao su từ, ví dụ, khoảng 70-85% giảm còn 1%-20%, ví dụ, hàm lượng nước còn 1%-3%, 3%-5%, 4%-6%, 5%-10%, 10%-15%, 13%-17%, hoặc 15%-20%. Máy ép đùn loại nước có thể được sử dụng và làm giảm hàm lượng nước của sản phẩm ép đùn cao su đến 15% hoặc hàm lượng khác. Hàm lượng nước tối ưu có thể thay đổi theo thể đàn hồi được sử dụng, loại chất độn, và các thiết bị được sử dụng để làm nhuyễn sản phẩm đông tụ đã được loại nước. Bất kể phương pháp sản xuất hỗn hợp gốc theo công nghệ ướt được sử dụng, vụn hỗn hợp gốc có thể được loại nước đến hàm lượng nước mong muốn, sau đó sản phẩm đông tụ đã được loại nước thu được còn được làm nhuyễn trong khi làm khô đến độ ẩm mong muốn (ví dụ, từ 0,5% đến 3%, ví dụ, từ 0,5% đến 1%, từ 1% đến 3%, khoảng 2% đến 3%, hoặc từ 1% đến 2%, tất cả phần trăm khối lượng đều tính trên tổng khối lượng sản phẩm đông tụ). Năng lượng cơ học tác động lên vật liệu có thể làm cải thiện các đặc tính cao su. Ví dụ, sản phẩm đông tụ đã được loại nước có thể được gia công cơ học bằng một hoặc nhiều máy trộn liên tục, máy trộn nội tại, thiết bị ép đùn hai trục vít máy ép đùn một trục vít, hoặc máy cán. Bước trộn tùy ý này sau bước đông tụ (ví dụ, thiết bị phản ứng đông tụ ở bên dưới) có thể có khả năng làm nhuyễn hỗn hợp và/hoặc tạo ra diện tích bề mặt hoặc làm lộ bề mặt có thể cho phép loại bỏ nước (ít nhất một phần của chúng) có thể có mặt trong hỗn hợp. các thiết bị làm nhuyễn thích hợp là đã biết và có bán trên thị trường, bao gồm ví dụ, máy trộn liên tục Unimix và máy MVX (Mixing, Venting, eXtruding) của Farrel Corporation của Ansonia, Conn., máy trộn dài liên tục của Pomini, Inc., máy trộn liên

tục Pomini, máy ép đùn khớp nối quay cùng tốc độ rôto kép, máy ép đùn không khớp nối quay khác tốc độ rôto kép, máy trộn Banbury, máy trộn Brabender, máy nhào trộn dạng khớp nối, máy nhào trộn kiểu khuấy trộn, máy ép đùn hóa hợp liên tục, máy ép đùn dạng nghiền trực tiếp do Kobe Steel, Ltd. sản xuất, và máy trộn liên tục Kobe. Các thiết bị làm nhuyễn thay thế thích hợp để sử dụng với các phương án khác nhau theo sáng chế là đã biết đối với người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật này.

Khi sản phẩm đông tụ đã được loại nước được xử lý trong thiết bị mong muốn, thiết bị này truyền năng lượng cho vật liệu. Dù không muốn bị ràng buộc bởi lý thuyết cụ thể bất kỳ, đã cho rằng ma sát tạo ra trong quá trình làm nhuyễn cơ học đã truyền nhiệt cho sản phẩm đông tụ đã được loại nước. Một số nhiệt này bị tiêu hao bởi việc làm nóng và làm bay hơi độ ẩm trong sản phẩm đông tụ đã được loại nước. Dù không muốn bị ràng buộc bởi lý thuyết cụ thể bất kỳ, đã cho rằng thực tế tất cả nước đều được loại bỏ ra khỏi sản phẩm đông tụ đã được loại nước thông qua việc làm nhuyễn được loại bỏ bằng cách làm nóng nước và làm bay hơi nó, mà không phải bằng cách ép nó ra khỏi sản phẩm đông tụ. Do vậy, tùy thuộc vào cách làm nhuyễn xảy ra trong thiết bị cụ thể, hàm lượng ẩm tối ưu đối với sản phẩm đông tụ đã được loại nước sẽ thay đổi. Nhiệt độ của sản phẩm đông tụ đã được loại nước trong thiết bị có thể được nâng đến mức nhất định, được duy trì ở mức độ cụ thể này, hoặc cả hai. Nhiệt độ cần phải đủ cao để làm bay hơi nhanh nước sẽ được tiếp xúc với không khí trong thiết bị, nhưng phía không được cao để thiêu đốt cao su. Sản phẩm đông tụ đã được loại nước có thể đạt được nhiệt độ nằm trong khoảng từ 130°C đến 180°C, như nằm trong khoảng từ 140°C đến 160°C, đặc biệt là khi chất kết hợp được bổ sung trước khi hoặc trong khi làm nhuyễn. Chất kết hợp có thể bao gồm lượng nhỏ lưu huỳnh, và nhiệt độ cần được duy trì ở mức độ đủ thấp để ngăn không cho cao su tạo liên kết ngang trong quá trình làm nhuyễn.

Tùy ý, năng lượng ít nhất khoảng 0,9 MJ/kg, ví dụ, ít nhất khoảng 1,3 MJ/kg, ít nhất khoảng 1,7 MJ/kg, ít nhất khoảng 2 MJ/kg, ít nhất khoảng 2,3 MJ/kg, hoặc ít nhất khoảng 2,6 MJ/kg có thể được cho tác động lên vật liệu. Năng lượng khoảng 3 MJ/kg đến 4 MJ/kg có thể được cho tác động lên vật liệu. Mức năng lượng tối ưu sẽ phụ thuộc vào thiết bị được sử dụng, nhiệt độ của sản phẩm đông tụ đã được loại nước trong quá trình xử lý, cấu trúc chất độn và hàm lượng độn, và hàm lượng nước trong

sản phẩm đông tụ đã được loại nước.

Tùy ý, các chất phụ gia có thể được kết hợp với sản phẩm đông tụ đã được loại nước trong máy trộn cơ học. Đặc biệt là, các chất phụ gia như chất độn (có thể là giống nhau, hoặc khác nhau, chất độn được sử dụng trong thiết bị phản ứng đông tụ; ví dụ về chất độn gồm oxit silic và oxit kẽm, với oxit kẽm cũng hoạt động như chất hóa rắn), các thể đàn hồi khác, hỗn hợp gốc khác hoặc hỗn hợp gốc bổ sung, chất chống oxy hóa, chất chống ozon hóa, chất dẻo hóa, chất trợ xử lý (ví dụ, axit stearic, cũng có thể được sử dụng như chất hóa rắn, polyme lỏng, dầu, sáp, và các chất tương tự), chất ngẫu hợp, nhựa, chất chống cháy, dầu pha loãng, dầu làm trơn, và hỗn hợp bất kỳ của chúng, có thể được bổ sung trong máy trộn cơ học. Thể đàn hồi bổ sung có thể được kết hợp với sản phẩm đông tụ đã được loại nước để thu được hỗn hợp thể đàn hồi. Thể đàn hồi được lấy làm ví dụ bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, cao su, polyme (ví dụ, homopolyme, copolyme và/hoặc terpolyme) của 1,3-butadien, styren, isopren, isobutylen, 2,3-di-alkyl-1,3-butadien, trong đó alkyl có thể là methyl, ethyl, propyl, v. v., acrylonitril, etylen, và propylen và các nhóm tương tự. Các phương pháp sản xuất hỗn hợp gốc được đề cập trong US 7105595, 6365663 và 6075084 của chính các tác giả sáng chế này.

Fig.3 minh họa dưới dạng sơ đồ hệ thống con 58 để đưa các chất phụ gia khô qua ống dẫn 171 và cửa nạp 102 vào thiết bị hóa hợp liên tục 100. Cũng được minh họa dưới dạng sơ đồ trên Fig.3 là hệ thống con 59 để đưa các chất phụ gia lỏng qua ống dẫn 172 và cửa nạp 109 vào thiết bị hóa hợp liên tục 100. Ống dẫn 171 và 172 có thể, ví dụ, là các ống, băng tải, hoặc thiết bị thích hợp khác để vận chuyển vật liệu từ hệ thống con tương ứng tới thiết bị hóa hợp liên tục 100. Cần phải hiểu rằng sự kết hợp bất kỳ của thể đàn hồi, chất phụ gia và hỗn hợp gốc bổ sung có thể được bổ sung vào sản phẩm đông tụ đã được loại nước trong thiết bị hóa hợp liên tục 100.

Trên Fig.2 và Fig.3, sản phẩm đông tụ đã được loại nước có thể được nạp từ máy ép đùn loại nước 40 qua băng chuyền hoặc cho tự rơi đơn giản hoặc thiết bị thích hợp khác 41 vào cửa nạp 102 được tạo ra trong buồng xử lý kéo dài 104 của thiết bị hóa hợp liên tục 100. Cửa nạp 102 có thể là phễu nạp tạo điều kiện thuận lợi cho việc rơi tự do của sản phẩm đông tụ đã được loại nước từ máy ép đùn loại nước 40. Cửa nạp 102 cũng có thể được nạp qua phương tiện vận tải như băng chuyền, ống dẫn, ống,

hoặc thiết bị thích hợp khác bất kỳ để vận chuyển hỗn hợp gốc thể đàn hồi. Buồng xử lý 104 có thể nằm bên trong thân 105 của thiết bị hóa hợp liên tục 100. Các rôto dài 106 được xem là song song với nhau và được định hướng dọc trục trong buồng xử lý 104. Các rôto 106 được dẫn động bởi động cơ 108 qua bộ giảm tốc bánh răng 110 và bệ đỡ 112. Các động cơ 106 được làm thích ứng theo các thiết kế đã biết để xử lý vật liệu dọc theo trục qua buồng xử lý kéo dài 104. Như thể hiện trên Fig.3, nhiều rôto 106 được định hướng dọc trục trong buồng xử lý 104. Tốt hơn là, các động cơ 106 được phân đoạn, với các đoạn khác nhau tùy ý có các cấu hình ren hoặc vít khác nhau. Buồng xử lý 104 có thể chứa hai rôto 106 có profin khác nhau. Các rôto thích hợp 106 có profin khác nhau bao gồm, ví dụ, rôto model số 7 và 15 của Farrel Corporation of Ansonia Conn. Người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật này sẽ công nhận rằng các tổ hợp rôto khác có thể là thích hợp đối với hỗn hợp gốc thể đàn hồi cụ thể tùy thuộc vào the hỗn hợp thể đàn hồi, hỗn hợp chất độn, hình thái chất độn, tỷ lệ độn, và các đặc tính khác của hỗn hợp gốc. Các động cơ 106 có thể chứa cơ chế chất lỏng hoặc thiết bị khác có thể được kiểm soát nhiệt độ để làm nóng và/hoặc làm lạnh cho sản phẩm đông tụ đã được loại nước khi nó đi qua thiết bị hóa hợp 100.

Như thể hiện trên Fig.3, mỗi rôto 106 có đoạn thứ nhất 116 và đoạn thứ hai 118. Các phần của buồng xử lý chứa các đoạn thứ nhất và thứ hai, ví dụ phễu 104a và buồng trộn 104b, có thể được làm nóng hoặc được làm lạnh một cách độc lập. Đoạn thứ nhất 116 của mỗi rôto có thể là vít nạp vít và đoạn thứ hai 118 có profin được chọn để làm nhuyễn sản phẩm đông tụ đã được loại nước. Khi sản phẩm đông tụ đã được loại nước đi qua buồng xử lý 104, các rôto làm nhuyễn vật liệu, nhờ đó trộn và làm khô sản phẩm đông tụ đã được loại nước. Cửa 109 được bố trí trong buồng xử lý 104 để bổ sung các chất phụ gia lỏng. Vật liệu khô có thể được bổ sung vào sản phẩm đông tụ đã được loại nước qua cửa nạp 102. Cửa thông gió 111 được bố trí trong buồng xử lý 104 để cho phép thoát hơi ẩm khi làm khô sản phẩm đông tụ đã được loại nước. Sản phẩm đông tụ đã được loại nước đi ra khỏi buồng xử lý 104 qua lỗ xả 114. Nhiệt độ của sản phẩm đông tụ đã được loại nước có thể được kiểm soát bằng cách cung cấp chất tải lạnh nhiệt thích hợp hoặc nước nóng tới buồng xử lý 104 hoặc rôto.

Tùy thuộc vào hỗn hợp gốc thể đàn hồi, nhiệt độ tối ưu của phễu 104a, buồng trộn 104b, và rôto 106 có thể là khác nhau trong khi khởi động và khi quy trình được

tiến hành đầy đủ. Việc kiểm soát các thông số vận hành của thiết bị hóa hợp liên tục 100 cho phép kiểm soát mức năng lượng cơ học được cung cấp cho sản phẩm đông tụ đã được loại nước và tốc độ loại nước. Các thông số vận hành như vậy bao gồm năng suất của thiết bị hóa hợp liên tục, tốc độ rôto và nhiệt độ, kích thước lỗ xả và nhiệt độ, mức độ hút năng lượng, và nhiệt độ buồng xử lý. Các thông số tương tự có thể được thay đổi đối với thiết bị khác có thể được sử dụng để làm nhuyễn sản phẩm đông tụ đã được loại nước.

Tùy ý, sản phẩm đông tụ đã được loại nước được làm nhuyễn bằng cách sử dụng máy trộn nội tại như máy trộn Banbury. Vụn hỗn hợp gốc có thể trước tiên được điều chỉnh hàm lượng độ ẩm tới khoảng 3% khối lượng đến 7% khối lượng, ví dụ, khoảng 5% khối lượng đến 6% khối lượng, hoặc khoảng 3% khối lượng đến 5% khối lượng. Hàm lượng ẩm này có thể đạt được bằng cách loại nước đến mức mong muốn hoặc bằng cách loại nước ra khỏi vụn hỗn hợp gốc với hàm lượng ẩm cao hơn và sau đó giảm tiếp hàm lượng ẩm này bằng cách làm nóng sản phẩm đông tụ đã được loại nước thu được, bằng cách cho nước bay hơi ra khỏi sản phẩm đông tụ đã được loại nước ở nhiệt độ trong phòng, hoặc bằng cách các phương pháp khác quen thuộc đối với người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật này. Sau đó, sản phẩm đông tụ đã được loại nước có thể được làm nhuyễn trong máy trộn nội tại đến khi đạt được độ ẩm hoặc năng lượng cơ học đầu vào mong muốn. Sản phẩm đông tụ đã được loại nước có thể được làm nhuyễn đến khi nó đạt đến nhiệt độ định trước, để nguội, và sau đó được đưa trở lại máy trộn nội tại một hoặc nhiều lần để tác động năng lượng bổ sung đến vật liệu. Ví dụ về nhiệt độ bao gồm từ 140°C đến 165°C, ví dụ, từ 145°C đến 160°C, hoặc từ 150°C đến 155°C. Sản phẩm đông tụ đã được loại nước có thể được tạo thành tấm trong máy cán sau mỗi lần làm nhuyễn trong máy trộn nội tại. Theo cách khác hoặc ngoài ra, sản phẩm đông tụ đã được loại nước được làm nhuyễn trong máy trộn Banbury có thể còn được làm nhuyễn trong máy nghiền hở.

Tùy ý, máy ép đùn loại nước loại bỏ cả độ ẩm ra khỏi vụn hỗn hợp gốc lẫn làm nhuyễn vật liệu. Khi máy ép đùn loại nước được sử dụng để loại bỏ độ ẩm ở mức cao hơn ra khỏi vụn hỗn hợp gốc, nó làm nhuyễn vật liệu. Ví dụ, máy ép đùn loại nước có thể được sử dụng để làm nhuyễn vật liệu trong khi điều chỉnh hàm lượng ẩm xuống còn từ 1% khối lượng đến 3% khối lượng. Sau đó, vật liệu này có thể còn được làm

nhuyễn trong máy nghiền hở hoặc thiết bị khác để làm giảm hàm lượng ẩm vẫn còn. Ví dụ, hợp thể đàn hồi đã được làm khô có thể có hàm lượng ẩm bằng 0,5% khối lượng hoặc nhỏ hơn.

Tùy ý, sản phẩm đông tụ đã được làm nhuyễn được nạp vào máy nghiền hở. Trên Fig.2 và Fig.3, sản phẩm đông tụ đã được làm nhuyễn có thể được xả ra từ thiết bị hóa hợp liên tục theo chiều dài của sản phẩm ép đùn và có thể được cắt để có chiều dài nhỏ hơn trước khi đi vào máy nghiền hở 120. Sản phẩm đông tụ đã được làm nhuyễn có thể tùy ý được nạp vào máy nghiền hở 120 qua băng chuyền 119. Băng chuyền 119 có thể là băng chuyền, ống dẫn, ống, hoặc các phương tiện thích hợp khác để vận chuyển sản phẩm đông tụ đã được làm nhuyễn từ thiết bị hóa hợp liên tục 100 đến máy nghiền hở 120. Máy nghiền hở 120 bao gồm một cặp con lăn 122 có thể tùy ý được làm nóng hoặc được làm lạnh để cải thiện sự vận hành của máy nghiền hở 120. Các thông số vận hành khác của máy nghiền hở 120 bao gồm khoảng cách khe hở giữa các con lăn, chiều cao gờ, tức là phần chứa vật liệu trong khe hở ở phần giữa và đầu con lăn, và tốc độ của mỗi con lăn. Tốc độ của mỗi con lăn và nhiệt độ của chất lỏng được sử dụng để làm nguội mỗi con lăn có thể được kiểm soát một cách độc lập đối với mỗi con lăn. Khoảng cách khe hở có thể nằm trong khoảng từ 5 mm đến 10 mm hoặc nằm trong khoảng từ 6 mm đến 8 mm. Tốc độ cán có thể nằm trong khoảng 15-19 vòng/phút và các con lăn có thể cán hướng với nhau về phía cửa nạp của máy nghiền. Tỷ lệ ma sát, tỷ lệ giữa tốc độ của con lăn thu gom, ví dụ, con lăn trên đó sản phẩm đông tụ đã được làm nhuyễn được thu gom, với tốc độ của con lăn ngược, có thể nằm trong khoảng từ 0,9 đến 1,1. Chất lỏng được sử dụng để làm nguội con lăn có thể nằm trong khoảng từ 35°C đến 90°C, ví dụ, từ 45°C đến 60°C, từ 55°C đến 75°C, hoặc từ 70°C đến 80°C. Ngoài việc kiểm soát sự vận hành của máy nghiền hở để cung cấp mức làm nhuyễn và làm khô mong muốn đối với sản phẩm đông tụ được làm nhuyễn, cũng mong muốn rằng sản phẩm đi ra khỏi máy nghiền hở 120 phải được thu gom trên con lăn thu gom dưới dạng tấm nhẵn. Dù không muốn bị ràng buộc bởi lý thuyết cụ thể bất kỳ, đã cho rằng nhiệt độ của con lăn làm nguội tạo điều kiện thuận lợi cho mục đích này. Máy nghiền hở 120 có thể làm giảm nhiệt độ của sản phẩm đông tụ đã được làm nhuyễn đến 110-140°C. Thời gian lưu của sản phẩm đông tụ đã được làm nhuyễn trong máy nghiền được xác định một phần bởi tốc độ của con lăn, khoảng cách khe hở và mức độ làm nhuyễn và làm khô mong muốn và có thể là khoảng 10-20 phút đối với vật liệu đã được làm nhuyễn trong FCM.

Người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật này sẽ công nhận rằng các tổ hợp khác nhau của các thiết bị có thể được sử dụng để làm nhuyễn và làm khô vật liệu hỗn hợp gốc ướt. Tùy thuộc vào các thiết bị được sử dụng, có thể mong muốn vận hành chúng trong các điều kiện khác so với các điều kiện đã được mô tả ở trên để tác động lượng năng lượng khác nhau và làm khô hỗn hợp gốc. Ngoài ra, có thể mong muốn sử dụng nhiều hơn một loại thiết bị cụ thể, ví dụ, máy nghiền hở hoặc máy trộn nội tại, bố trí theo dãy hoặc cho sản phẩm đông tụ đã được làm nhuyễn đi qua thiết bị nhất định nhiều hơn một lần. Ví dụ, sản phẩm đông tụ đã được làm nhuyễn có thể được cho đi qua máy nghiền hở hai hoặc ba lần hoặc nhiều hơn hoặc cho đi qua qua hai hoặc ba hoặc nhiều máy nghiền hở hơn được bố trí theo dãy. Trong trường hợp này, có thể mong muốn vận hành mỗi máy nghiền hở trong các điều kiện vận hành khác nhau, ví dụ, tốc độ, nhiệt độ, năng lượng đầu vào khác (ví dụ cao hơn), v.v.. Sản phẩm đông tụ đã được làm nhuyễn có thể được cho đi qua qua một, hai, hoặc ba máy nghiền hở sau khi được làm nhuyễn trong máy trộn nội tại.

Tùy ý, hợp thể đàn hồi thu được có thể được sử dụng trong hoặc được tạo ra để sử dụng trong các bộ phận khác nhau của lốp, ví dụ, lớp xe, hoa văn lốp, mép lốp, vành chứa dây kim loại cho lốp, và keo gắn đệm lót cho lốp xe đã sửa chữa. Theo cách khác hoặc ngoài ra, hợp thể đàn hồi có thể được sử dụng cho bánh xích và để bánh xích cho thiết bị được đẩy bằng bánh xích như máy ủi, v.v., thiết bị khai thác mỏ như sàng, lớp lót thiết bị khai thác mỏ, băng chuyền, máng lót ống khói, bạc đỡ bơm huyền phù, các bộ phận của máy bơm bùn như bộ cánh bơm, chân van, thân van, đùm trục pittông, thanh đẩy pittông, và cần đẩy, bộ cánh bơm cho các ứng dụng khác nhau như bộ cánh bơm trộn huyền phù và bộ cánh bơm huyền phù, đệm lót máy nghiền, xyclon và hydrocyclon, và mối nối giãn nở, thiết bị ở biển như lớp lót cho bơm (ví dụ, bơm động cơ của máy gắn ngoài, máy bơm bùn), ống vòi (ví dụ, ống vòi nạo vét và ống vòi của động cơ gắn ngoài), và thiết bị ở biển khác, đệm kín trục cho các ứng dụng ngoài biển, dầu, hàng không vũ trụ, và các ứng dụng khác, trục dẫn động, lớp lót cho hệ thống ống dẫn để chuyển vận, ví dụ, cát dầu và/hoặc cát dầu nặng, và các ứng dụng khác cần đến độ bền mài mòn. Vật liệu compozit được lưu hoá có thể được sử dụng trong bánh đà, cam, trục, ống, bạc lót talông cho các phương tiện, hoặc các ứng dụng khác cần có độ bền mài mòn.

Kỹ thuật hóa hợp truyền thống có thể được sử dụng để kết hợp các chất lưu hóa và các chất phụ gia đã biết khác trong lĩnh vực kỹ thuật này, bao gồm các chất phụ gia được bàn luận ở trên, với hợp thể đàn hồi, tùy thuộc vào ứng dụng mong muốn.

Sáng chế còn đề cập đến hợp thể đàn hồi được tạo ra bằng một hoặc nhiều phương pháp bất kỳ được mô tả trong bản mô tả này của sáng chế.

Sáng chế còn đề cập đến hợp thể đàn hồi chứa ít nhất một thể đàn hồi, ít nhất một muối than được xử lý bằng silic, ít nhất một chất kết hợp, và ít nhất một chất phụ gia bổ sung, như ít nhất một chất chống oxy hóa. Thể đàn hồi có thể là cao su thiên nhiên hoặc có thể là cao su tổng hợp hoặc có thể là hỗn hợp bất kỳ của chúng. Chất độn chứa silic oxit có thể có mặt với lượng nằm trong khoảng từ 40 đến 60 phr (hoặc với các lượng khác). Khi được lưu hóa bằng cách làm nóng trong máy ép nóng được bố trí ở 150°C trong thời gian được xác định bởi lưu biến kế cao su thông thường (tức là T90 + 10% T90, trong đó T90 là thời gian để đạt được độ lưu hóa 90%), hợp thể đàn hồi có thể có tan delta, được đo ở 60°C, nhỏ hơn 0,130, như từ 0,050 đến 0,120, từ 0,60 đến 0,110, hoặc từ 0,055 đến 0,100. Theo cách khác hoặc ngoài ra, hợp thể đàn hồi có thể có tỷ lệ T300/T100:tan delta (tan delta được đo ở 60°C) nằm trong khoảng từ 47 đến 70, ví dụ, từ 50 đến 65, từ 55 đến 60, hoặc từ 60 đến 70.

Theo sáng chế, hợp thể đàn hồi có thể được sản xuất có tan delta rất thấp, đây là đặc tính quan trọng được sử dụng để xác định đặc tính của hợp thể đàn hồi, đặc biệt là khi được tạo thành lớp xe hoặc các bộ phận của lớp xe. Ứng suất kéo của các mẫu đã được lưu hóa (T300 và T100) được đo theo chuẩn ASTM D-412. Tan delta 60° được xác định bằng cách sử dụng biến dạng quét động nằm trong khoảng từ 0,01% đến 60% ở 10 Hz và 60°C. Tan $\delta_{\max}$ được lấy làm giá trị tối đa của tan δ trong khoảng biến dạng này. Mức này lên được đo theo chuẩn ASTM D7121. Sáng chế còn đề cập đến hợp thể đàn hồi chứa ít nhất một thể đàn hồi, ít nhất một chất độn dạng hạt chứa silic oxit, ít nhất một chất kết hợp, và ít nhất một chất phụ gia bổ sung, như ít nhất một chất chống oxy hóa. Thể đàn hồi có thể là cao su thiên nhiên hoặc có thể là cao su tổng hợp(s) hoặc có thể là hỗn hợp bất kỳ của chúng. Chất độn chứa silic oxit có thể có mặt với lượng nằm trong khoảng từ 40 đến 90 phr (hoặc các lượng khác). Hợp thể đàn hồi có thể có tỷ lệ T300/T100:tan delta (tan delta được đo ở 60°C) nằm trong khoảng từ 47 đến 70, ví dụ, từ 50 đến 65, từ 55 đến 60, hoặc từ 60 đến 70. Hợp thể đàn hồi có thể có tỷ

lệ T300/T100 cao hơn đáng kể, ví dụ, ít nhất cao hơn 4% hoặc cao hơn từ 4% đến 15%, ví dụ, từ 4% đến 7%, từ 7% đến 10%, từ 10% đến 15%, hoặc thậm chí còn cao hơn nữa so với hợp thể đàn hồi tương tự được điều chế bằng chất phụ gia bổ sung, ví dụ, chất chống oxy hóa, được bổ sung trước chất kết hợp (“hợp thể đàn hồi so sánh”) và/hoặc tan $\delta_{\max}$ thấp hơn ít nhất 2,5%, ví dụ, thấp hơn từ 2,5% đến 30%, ví dụ, thấp hơn từ 2,5% đến 5%, thấp hơn từ 5% đến 10%, thấp hơn từ 10% đến 15%, thấp hơn từ 15% đến 20%, thấp hơn từ 20% đến 25%, thấp hơn từ 25% đến 30%, hoặc thậm chí thấp hơn nữa so với hợp thể đàn hồi so sánh và tỷ lệ T300/T100:tan $\delta_{\max}$ là cao hơn đáng kể, ví dụ, cao hơn ít nhất 4% , ví dụ, cao hơn từ 4% đến 45%, ví dụ, cao hơn từ 4% đến 10%, cao hơn từ 10% đến 20%, cao hơn từ 20% đến 30%, cao hơn từ 30% đến 40%, cao hơn từ 40% đến 45%, hoặc thậm chí còn cao hơn nữa so với hợp thể đàn hồi so sánh. Để làm ví dụ, chất độn chứa silic oxit (ví dụ, lý muối than được xử lý bằng silic) có thể chứa silic oxit với lượng bằng 50% khối lượng hoặc nhỏ hơn làm một phần của chất độn chứa silic oxit.

Thay vì một hoặc nhiều đặc tính tính năng được mô tả ngay phần trên đây, hoặc ngoài một hoặc nhiều trong số các đặc tính này, hợp thể đàn hồi theo sáng chế có thể chứa chất chống oxy hóa tự do với lượng ít nhất 70% khối lượng của chất chống oxy hóa có mặt trong vật liệu composit, ví dụ, từ 75% đến 90%, từ 80% đến 95%, hoặc từ 85% đến 99%, trong đó việc xác định được thực hiện đối với hợp thể đàn hồi như được sản xuất. Mức chất chống oxy hóa tự do được đo trong 24 giờ bổ sung chất chống oxy hóa vào vật liệu composit hoặc vật liệu được sử dụng để tạo ra vật liệu composit và, tốt hơn nữa là, trong 12 giờ bổ sung hoặc trong 6 giờ bổ sung.

Sáng chế bao gồm các khía cạnh/phương án/các dấu hiệu theo trình tự bất kỳ và/hoặc dưới dạng kết hợp bất kỳ:

1. Sáng chế đề cập đến phương pháp sản xuất hợp thể đàn hồi, bao gồm:

nạp dòng liên tục chất lỏng thứ nhất chứa latec đàn hồi vào thiết bị phản ứng đồng tụ;

nạp dòng liên tục chất lỏng thứ hai chứa chất độn dạng hạt chứa silic oxit bằng áp lực vào thiết bị phản ứng đồng tụ để tạo ra hỗn hợp chứa latec thể đàn hồi, chất lỏng thứ hai được nạp vào chất lỏng thứ nhất trong thiết bị phản ứng đồng tụ với lực đủ mạnh để

làm đông tụ ít nhất một phần latec thể đàn hồi khi latec thể đàn hồi được trộn với chất độn dạng hạt chứa silic oxit trong thiết bị phản ứng đông tụ;

và còn bao gồm bước đưa vào ít nhất một chất kết hợp và bước đưa vào ít nhất một chất phụ gia bổ sung, sao cho chất độn dạng hạt chứa silic oxit tiếp xúc với chất kết hợp trước khi chất độn chứa silic oxit tiếp xúc với chất phụ gia bổ sung.

2. Phương pháp theo phương án/dấu hiệu/khía cạnh bất kỳ nêu trên hoặc dưới đây, trong đó chất kết hợp được đưa vào chất lỏng thứ hai ở điểm bất kỳ trước khi nạp chất lỏng thứ hai vào thiết bị phản ứng đông tụ.

3. Phương pháp theo phương án/dấu hiệu/khía cạnh bất kỳ nêu trên hoặc dưới đây, trong đó chất kết hợp được đưa vào chất lỏng thứ hai ở điểm bất kỳ trước thiết bị phản ứng đông tụ và chất phụ gia bổ sung được đưa vào chất lỏng thứ nhất ở điểm bất kỳ trước thiết bị phản ứng đông tụ.

4. Phương pháp theo phương án/dấu hiệu/khía cạnh bất kỳ nêu trên hoặc dưới đây, trong đó chất kết hợp được đưa vào hỗn hợp trong thiết bị phản ứng đông tụ.

5. Phương pháp theo phương án/dấu hiệu/khía cạnh bất kỳ nêu trên hoặc dưới đây, trong đó chất kết hợp được đưa vào hỗn hợp sau khi hỗn hợp này đi ra khỏi thiết bị phản ứng đông tụ.

6. Phương pháp theo phương án/dấu hiệu/khía cạnh bất kỳ nêu trên hoặc dưới đây, còn bao gồm việc tiến hành một hoặc nhiều bước xử lý sau khi hợp thể đàn hồi đi ra khỏi thiết bị phản ứng đông tụ.

7. Phương pháp theo phương án/dấu hiệu/khía cạnh bất kỳ nêu trên hoặc dưới đây, trong đó bước xử lý bao gồm ít nhất một trong số các bước sau:

loại nước ra khỏi hỗn hợp để thu được hỗn hợp đã được loại nước;

trộn hoặc hóa hợp hỗn hợp đã được loại nước để thu được hỗn hợp hóa hợp;

nghiền hỗn hợp hóa hợp để thu được hỗn hợp nghiền;

tạo hạt hoặc trộn hỗn hợp nghiền;

đóng bao hỗn hợp sau khi tạo hạt hoặc trộn để thu được hỗn hợp đóng bao;
và/hoặc

tùy ý phá rời hỗn hợp đóng bao và trộn.

8. Phương pháp theo phương án/dấu hiệu/khía cạnh bất kỳ nêu trên hoặc dưới đây, trong đó chất kết hợp được đưa vào ngay trước khi và/hoặc trong khi tiến hành một hoặc nhiều bước từ a) đến f).

9. Phương pháp theo phương án/dấu hiệu/khía cạnh bất kỳ nêu trên hoặc dưới đây, trong đó chất độn chứa silic oxit là muội than được xử lý bằng silic oxit, muội than được phủ silic oxit, silic oxit kết tủa, silic oxit khói, hoặc hỗn hợp bất kỳ của chúng.

10. Phương pháp theo phương án/dấu hiệu/khía cạnh bất kỳ nêu trên hoặc dưới đây, trong đó latec thể đàn hồi là latec cao su thiên nhiên, latec cao su tổng hợp, hoặc hỗn hợp của chúng.

11. Phương pháp theo phương án/dấu hiệu/khía cạnh bất kỳ nêu trên hoặc dưới đây, trong đó chất phụ gia bổ sung bao gồm chất chống oxy hóa.

12. Phương pháp theo phương án/dấu hiệu/khía cạnh bất kỳ nêu trên hoặc dưới đây, còn bao gồm bước xả dòng gần như liên tục hợp thể đàn hồi ra khỏi thiết bị phản ứng đồng tụ.

13. Phương pháp theo phương án/dấu hiệu/khía cạnh bất kỳ nêu trên hoặc dưới đây, trong đó chất phụ gia bổ sung là chất chống oxy hóa.

14. Phương pháp theo phương án/dấu hiệu/khía cạnh bất kỳ nêu trên hoặc dưới đây, trong đó chất phụ gia bổ sung được đưa vào ở một hoặc nhiều bước xử lý thêm.

15. Phương pháp theo phương án/dấu hiệu/khía cạnh bất kỳ nêu trên hoặc dưới đây, còn bao gồm bước trộn khô hợp thể đàn hồi với thể đàn hồi bổ sung để tạo ra hỗn hợp hợp thể đàn hồi

16. Phương pháp sản xuất hợp thể đàn hồi bao gồm:

nạp dòng liên tục chất lỏng thứ nhất chứa latec đàn hồi vào thiết bị phản ứng đồng tụ;

nạp dòng liên tục chất lỏng thứ hai chứa chất độn dạng hạt chứa silic oxit bằng áp lực vào thiết bị phản ứng đồng tụ để tạo ra hỗn hợp chứa latec thể đàn hồi, chất lỏng thứ hai được nạp vào chất lỏng thứ nhất trong thiết bị phản ứng đồng tụ với lực đủ mạnh để làm đồng tụ ít nhất một phần latec thể đàn hồi khi latec thể đàn hồi được trộn với chất độn dạng hạt chứa silic oxit trong thiết bị phản ứng đồng tụ;

và còn bao gồm bước đưa vào ít nhất một chất kết hợp và bước đưa vào ít nhất một chất phụ gia bổ sung trong phương pháp này, trong đó chất kết hợp và chất phụ gia bổ sung được đưa vào gần như cùng một thời điểm và trong đó latec thể đàn hồi được đưa vào trong một lần.

17. Phương pháp theo phương án/dấu hiệu/khía cạnh bất kỳ nêu trên hoặc dưới đây, trong đó chất kết hợp và chất phụ gia bổ sung được đưa vào chất lỏng thứ hai ở điểm bất kỳ trước khi nạp chất lỏng thứ hai vào thiết bị phản ứng đồng tụ.

18. Phương pháp theo phương án/dấu hiệu/khía cạnh bất kỳ nêu trên hoặc dưới đây, trong đó chất kết hợp và chất phụ gia bổ sung được đưa vào chất lỏng thứ nhất ở điểm bất kỳ trước thiết bị phản ứng đồng tụ.

19. Phương pháp theo phương án/dấu hiệu/khía cạnh bất kỳ nêu trên hoặc dưới đây, trong đó chất kết hợp và chất phụ gia bổ sung được đưa vào hỗn hợp trong thiết bị phản ứng đồng tụ.

20. Phương pháp theo phương án/dấu hiệu/khía cạnh bất kỳ nêu trên hoặc dưới đây, trong đó chất kết hợp và chất phụ gia bổ sung được đưa vào hỗn hợp sau khi hỗn hợp này đi ra khỏi thiết bị phản ứng đồng tụ.

21. Phương pháp theo phương án/dấu hiệu/khía cạnh bất kỳ nêu trên hoặc dưới đây, còn bao gồm việc tiến hành một hoặc nhiều bước xử lý sau khi hợp thể đàn hồi đi ra khỏi thiết bị phản ứng đồng tụ.

22. Phương pháp theo phương án/dấu hiệu/khía cạnh bất kỳ nêu trên hoặc dưới đây, trong đó bước xử lý bao gồm ít nhất một trong số các bước sau:

loại nước ra khỏi hỗn hợp để thu được hỗn hợp đã được loại nước;

trộn hoặc hóa hợp hỗn hợp đã được loại nước để thu được hỗn hợp hóa hợp;

nghiền hỗn hợp hóa hợp để thu được hỗn hợp nghiền;

tạo hạt hoặc trộn hỗn hợp nghiền;

đóng bao hỗn hợp sau khi tạo hạt hoặc trộn để thu được hỗn hợp đóng bao; và

tùy ý phá rời hỗn hợp đóng bao và trộn.

23. Phương pháp theo phương án/dấu hiệu/khía cạnh bất kỳ nêu trên hoặc dưới đây, trong đó chất kết hợp được đưa vào ngay trước khi và/hoặc trong khi tiến hành một hoặc nhiều bước từ a) đến f).

24. Phương pháp theo phương án/dấu hiệu/khía cạnh bất kỳ nêu trên hoặc dưới đây, trong đó chất độn chứa silic oxit là muội than được xử lý bằng silic oxit, muội than được phủ silic oxit, silic oxit kết tủa, silic oxit khói, hoặc hỗn hợp bất kỳ của chúng.

25. Phương pháp theo phương án/dấu hiệu/khía cạnh bất kỳ nêu trên hoặc dưới đây, trong đó latec thể đàn hồi là latec cao su thiên nhiên, latec cao su tổng hợp, hoặc hỗn hợp của chúng.

26. Phương pháp theo phương án/dấu hiệu/khía cạnh bất kỳ nêu trên hoặc dưới đây, trong đó chất phụ gia bổ sung bao gồm chất chống oxy hóa.

27. Phương pháp theo phương án/dấu hiệu/khía cạnh bất kỳ nêu trên hoặc dưới đây, còn bao gồm bước xả dòng gần như liên tục hợp thể đàn hồi từ thiết bị phản ứng đồng tụ.

28. Phương pháp theo phương án/dấu hiệu/khía cạnh bất kỳ nêu trên hoặc dưới đây, trong đó chất phụ gia bổ sung là chất chống oxy hóa.

29. Phương pháp theo phương án/dấu hiệu/khía cạnh bất kỳ nêu trên hoặc dưới đây, trong đó chất phụ gia bổ sung được đưa vào ở một hoặc nhiều bước xử lý thêm.

30. Phương pháp theo phương án/dấu hiệu/khía cạnh bất kỳ nêu trên hoặc dưới đây, còn bao gồm bước trộn khô hợp thể đàn hồi với thể đàn hồi bổ sung để tạo ra hỗn hợp hợp thể đàn hồi.

31. Phương pháp sản xuất hợp thể đàn hồi bao gồm:

nạp dòng liên tục chất lỏng thứ nhất chứa latec đàn hồi vào thiết bị phản ứng đồng tụ;

nạp dòng liên tục chất lỏng thứ hai chứa chất độn dạng hạt chứa silic oxit bằng áp lực vào thiết bị phản ứng đồng tụ để tạo ra hỗn hợp chứa latec thể đàn hồi, chất lỏng thứ hai được nạp vào chất lỏng thứ nhất trong vùng trộn là đủ mạnh để làm đồng tụ ít nhất một phần latec thể đàn hồi khi latec thể đàn hồi được trộn với chất độn dạng hạt chứa silic oxit trong thiết bị phản ứng đồng tụ;

và còn bao gồm bước đưa vào ít nhất một chất kết hợp và bước đưa vào ít nhất một chất phụ gia bổ sung trong phương pháp này, trong đó chất kết hợp và chất phụ gia bổ sung được đưa vào gần như cùng một thời điểm và trong đó latec thể đàn hồi được đưa vào làm nhiều lần.

32. Phương pháp theo phương án/dấu hiệu/khía cạnh bất kỳ nêu trên hoặc dưới đây, trong đó chất kết hợp và chất phụ gia bổ sung được đưa vào chất lỏng thứ hai ở điểm bất kỳ trước khi nạp chất lỏng thứ hai vào thiết bị phản ứng đồng tụ.

33. Phương pháp theo phương án/dấu hiệu/khía cạnh bất kỳ nêu trên hoặc dưới đây, trong đó chất kết hợp và chất phụ gia bổ sung được đưa vào chất lỏng thứ nhất ở điểm bất kỳ trước thiết bị phản ứng đồng tụ.

34. Phương pháp theo phương án/dấu hiệu/khía cạnh bất kỳ nêu trên hoặc dưới đây, trong đó chất kết hợp và chất phụ gia bổ sung được đưa vào hỗn hợp trong thiết bị phản ứng đồng tụ.

35. Phương pháp theo phương án/dấu hiệu/khía cạnh bất kỳ nêu trên hoặc dưới đây, trong đó chất kết hợp và chất phụ gia bổ sung được đưa vào hỗn hợp sau khi hỗn hợp này đi ra khỏi thiết bị phản ứng đồng tụ.

36. Phương pháp theo phương án/dấu hiệu/khía cạnh bất kỳ nêu trên hoặc dưới đây, còn bao gồm việc tiến hành một hoặc nhiều bước xử lý sau khi hợp thể đàn hồi đi ra khỏi thiết bị phản ứng đồng tụ.

37. Phương pháp theo phương án/dấu hiệu/khía cạnh bất kỳ nêu trên hoặc dưới đây, trong đó bước xử lý bao gồm ít nhất một trong số các bước sau:

loại nước ra khỏi hỗn hợp để thu được hỗn hợp đã được loại nước;

trộn hoặc hóa hợp hỗn hợp đã được loại nước để thu được hỗn hợp hóa hợp;

nghiên hỗn hợp hóa hợp để thu được hỗn hợp nghiền;

tạo hạt hoặc trộn hỗn hợp nghiền;

đóng bao hỗn hợp sau khi tạo hạt hoặc trộn để thu được hỗn hợp đóng bao; và

tùy ý phá rời hỗn hợp đóng bao và trộn.

38. Phương pháp theo phương án/dấu hiệu/khía cạnh bất kỳ nêu trên hoặc dưới đây, trong đó chất kết hợp được đưa vào ngay trước khi và/hoặc trong khi tiến hành một hoặc nhiều bước từ a) đến f).

39. Phương pháp theo phương án/dấu hiệu/khía cạnh bất kỳ nêu trên hoặc dưới đây, trong đó chất độn chứa silic oxit là muội than được xử lý bằng silic oxit, muội than được phủ silic oxit, silic oxit kết tủa, silic oxit khói, hoặc hỗn hợp bất kỳ của chúng.

40. Phương pháp theo phương án/dấu hiệu/khía cạnh bất kỳ nêu trên hoặc dưới đây, trong đó latec thể đàn hồi là latec cao su thiên nhiên, latec cao su tổng hợp, hoặc hỗn hợp của chúng.

41. Phương pháp theo phương án/dấu hiệu/khía cạnh bất kỳ nêu trên hoặc dưới đây, trong đó chất phụ gia bổ sung bao gồm chất chống oxy hóa.

42. Phương pháp theo phương án/dấu hiệu/khía cạnh bất kỳ nêu trên hoặc dưới đây, còn bao gồm bước xả dòng gần như liên tục hợp thể đàn hồi từ thiết bị phản ứng đồng tụ.

43. Phương pháp theo phương án/dấu hiệu/khía cạnh bất kỳ nêu trên hoặc dưới đây, trong đó chất phụ gia bổ sung là chất chống oxy hóa.

44. Phương pháp theo phương án/dấu hiệu/khía cạnh bất kỳ nêu trên hoặc dưới đây, trong đó chất phụ gia bổ sung được đưa vào ở một hoặc nhiều bước xử lý thêm.

45. Phương pháp theo phương án/dấu hiệu/khía cạnh bất kỳ nêu trên hoặc dưới

đây, còn bao gồm bước trộn khô hợp thể đàn hồi với thể đàn hồi bổ sung để tạo ra hỗn hợp hợp thể đàn hồi.

46. Hợp thể đàn hồi được tạo ra bằng phương pháp theo phương án/dấu hiệu/khía cạnh bất kỳ nêu trên hoặc dưới đây.

47. Hợp thể đàn hồi đã được lưu hóa chứa ít nhất một thể đàn hồi, ít nhất một muội than được xử lý bằng silic, ít nhất một chất kết hợp, và ít nhất một chất phụ gia bổ sung, trong đó thể đàn hồi là cao su thiên nhiên, và muội than được xử lý bằng silic có mặt với lượng nằm trong khoảng từ 40 đến 60 phr, và hợp thể đàn hồi đã được lưu hóa này có tan delta, được đo ở 60°C, nhỏ hơn 0,130.

48. Thể đàn hồi lưu hóa theo phương án/dấu hiệu/khía cạnh bất kỳ nêu trên hoặc dưới đây, trong đó ít nhất một chất phụ gia bổ sung nêu trên bao gồm ít nhất một chất chống oxy hóa.

49. Hợp thể đàn hồi đã được lưu hóa theo phương án/dấu hiệu/khía cạnh bất kỳ nêu trên hoặc dưới đây, trong đó muội than được xử lý bằng silic chứa silic oxit với lượng bằng 50% khối lượng hoặc nhỏ hơn tính theo khối lượng của muội than được xử lý bằng silic nêu trên.

50. Hợp thể đàn hồi đã được lưu hóa chứa ít nhất một thể đàn hồi, ít nhất một chất độn dạng hạt chứa silic oxit, ít nhất một chất kết hợp, và ít nhất một chất phụ gia bổ sung, trong đó thể đàn hồi là cao su thiên nhiên, và chất độn chứa silic oxit có mặt với lượng nằm trong khoảng từ 40 đến 90 phr, và trong đó hợp thể đàn hồi đã được lưu hóa này có tỷ lệ T300/T100:tan delta (tan delta được đo ở 60°C) nằm trong khoảng từ 47 đến 70.

51. Hợp thể đàn hồi đã được lưu hóa theo phương án/dấu hiệu/khía cạnh bất kỳ nêu trên hoặc dưới đây, trong đó ít nhất một chất phụ gia bổ sung bao gồm ít nhất một chất chống oxy hóa.

52. Hợp thể đàn hồi đã được lưu hóa theo phương án/dấu hiệu/khía cạnh bất kỳ nêu trên hoặc dưới đây, trong đó chất độn chứa silic oxit chứa silic oxit với lượng bằng 50% khối lượng hoặc nhỏ hơn tính theo khối lượng của chất độn chứa silic oxit nêu trên.

53. Hợp thể đàn hồi chứa ít nhất một thể đàn hồi, ít nhất một chất độn dạng hạt

chứa silic oxit, ít nhất một chất kết hợp, và ít nhất một chất phụ gia bổ sung, và chất độn dạng hạt chứa silic oxit có mặt với lượng nằm trong khoảng từ 10 đến 90 phr, và trong đó hợp thể đàn hồi thu được, có mức chất chống oxy hóa tự do bằng ít nhất 70% khối lượng của chất chống oxy hóa có mặt trong hợp thể đàn hồi.

54. Thê đàn hồi theo phương án/dấu hiệu/khía cạnh bất kỳ nêu trên hoặc dưới đây, trong đó ít nhất một chất phụ gia bổ sung nêu trên bao gồm ít nhất một chất chống oxy hóa.

55. Hợp thể đàn hồi đã được lưu hóa theo phương án/dấu hiệu/khía cạnh bất kỳ nêu trên hoặc dưới đây, trong đó chất độn chứa silic oxit nêu trên chứa silic oxit với lượng bằng 50% khối lượng hoặc nhỏ hơn tính theo khối lượng của chất độn chứa silic oxit nêu trên.

56. Phương pháp theo phương án/dấu hiệu/khía cạnh bất kỳ nêu trên hoặc dưới đây, trong đó bước xử lý thêm bao gồm ít nhất bước nghiền bằng trục lăn hợp thể đàn hồi.

57. Phương pháp theo phương án/dấu hiệu/khía cạnh bất kỳ nêu trên hoặc dưới đây, trong đó bước nghiền bằng trục lăn được tiến hành trong thời gian đủ để tạo ra ít nhất khoảng 0,7 MJ/kg năng lượng riêng cho hợp thể đàn hồi.

58. Phương pháp theo phương án/dấu hiệu/khía cạnh bất kỳ nêu trên hoặc dưới đây, trong đó bước xử lý thêm bao gồm ít nhất bước nghiền bằng trục lăn hợp thể đàn hồi.

59. Phương pháp theo phương án/dấu hiệu/khía cạnh bất kỳ nêu trên hoặc dưới đây, trong đó bước nghiền bằng trục lăn được tiến hành trong thời gian đủ để tạo ra ít nhất khoảng 0,7 MJ/kg năng lượng riêng cho hợp thể đàn hồi.

60. Phương pháp theo phương án/dấu hiệu/khía cạnh bất kỳ nêu trên hoặc dưới đây, trong đó bước xử lý thêm bao gồm ít nhất bước nghiền bằng trục lăn hợp thể đàn hồi.

61. Phương pháp theo phương án/dấu hiệu/khía cạnh bất kỳ nêu trên hoặc dưới đây, trong đó bước nghiền bằng trục lăn được tiến hành trong thời gian đủ để tạo ra ít

nhất khoảng 0,7 MJ/kg năng lượng riêng cho hợp thể đàn hồi.

Sáng chế có thể bao gồm sự kết hợp bất kỳ của các dấu hiệu hoặc phương án khác nhau trên đây và/hoặc dưới đây như nêu trong bản mô tả này. Sự kết hợp bất kỳ của các dấu hiệu được bộc lộ trong bản mô tả này được xem là một phần của sáng chế và phạm vi của sáng chế không bị giới hạn ở các dấu hiệu kết hợp này.

Trừ khi có quy định cụ thể, trong bản mô tả này tất cả các tỷ lệ của vật liệu đã nêu được tính theo phần trăm đều là phần trăm khối lượng.

Sáng chế sẽ được mô tả rõ hơn qua các ví dụ được dùng để minh họa sáng chế.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Các ví dụ 1-14

Trong các ví dụ lý thuyết (các ví dụ 1-14) sau, hỗn hợp gốc ướn đã được làm đông tụ được sản xuất bằng cách tác động lên dòng latec cao su thiên nhiên bằng dòng huyền phù chứa chất độn chứa silic oxit (tức là, ECOBLACK™ CRX-2125 chất độn từ Cabot Corporation với lượng bằng 12% khối lượng) có vận tốc tương đối cao hơn (75 m/s) trong vùng trộn của thiết bị phản ứng đông tụ. Vụn hỗn hợp gốc đã được làm đông tụ, chứa nước với lượng nằm trong khoảng từ 70 đến 85% khối lượng, sau đó được loại nước (DW) đến 10-20% khối lượng nước bằng cách sử dụng máy ép đùn loại nước (French Oil Mill Machinery Company, Piqua, Ohio). Trong máy ép đùn này, vụn hỗn hợp gốc được ép, và nước được ép ra khỏi vụn được đẩy ra qua thùng xả rãnh của máy ép đùn. Sản phẩm đông tụ đã được loại nước thu được được cho rơi vào thiết bị hóa hợp liên tục (Máy trộn liên tục Farrel (FCM), Farrel Corporation), trong đó nó được làm nhuyễn và được làm khô. Hàm lượng ẩm của hỗn hợp gốc đã được làm nhuyễn thu được đi ra khỏi FCM nằm trong khoảng 1-2% khối lượng. Hỗn hợp gốc đã được làm nhuyễn còn được làm nhuyễn và được làm nguội trong máy nghiền hở để tạo ra hợp thể đàn hồi khô. Trong mỗi ví dụ, chất kết hợp, bis-(triethoxysilylpropyl)tetrasulfua (TESPT, Si-69, có bán ở Evonik Industries, Essen, Germany), (“Si-69”) được bổ sung ở hàm lượng khoảng 2,0% khối lượng chất độn và chất chống oxy hóa, hoặc là N-(1,3-đimetylbutyl)-N'-phenyl-p-phenylendiamin (6PPD, Flexsys, St. Louis, MO) (“6PPD”, trong tất cả các ví dụ, trừ các ví dụ 1, 1a, 12a, và ví dụ so sánh B) hoặc 2,2,4-trimetyl-1,2-đihydroquinon (TMQ; các ví dụ 12a và ví dụ so sánh B: Nhựa Agerite D, R.T. Vanderbilt; Các ví dụ 1 và 1a: chế phẩm phân tán

Aquanox TMQ, Aquaspersions) được bổ sung ở nồng độ khoảng 1,0% khối lượng cao su (phr). Vị trí (nơi và trình tự) trong đó hai hoá chất này được bổ sung trong quy trình là được đưa ra đối với mỗi ví dụ trong bảng 3 dưới đây. Trong bảng 3, “Banbury” chỉ ra rằng, khoảng 24 giờ sau khi hỗn hợp gốc đã được làm nhuyễn thoát ra khỏi máy cán, chất chống oxy hóa được trộn với hợp thể đàn hồi đã được làm khô ở nồng độ 1,0% khối lượng cao su (phr) bằng cách sử dụng máy trộn Banbury. Thời gian trộn là khoảng 1 phút. Theo phương án cải biến của mỗi ví dụ, thời gian lưu trên máy cán là sao cho vật liệu compozit được tác động khoảng 0,7 MJ/kg năng lượng riêng. Theo phương án cải biến khác, thời gian lưu tăng gấp đôi để năng lượng riêng đạt khoảng 1,4 MJ/kg.

Để chuẩn bị cho thử nghiệm cơ học, hợp thể đàn hồi đã được làm khô được hóa hợp và lưu hoá. Hợp thể đàn hồi đã được làm khô được trộn trong máy trộn Banbury bằng cách sử dụng công thức nêu trong bảng 1 và phương pháp hóa hợp nêu trong bảng 2, dưới đây. Việc lưu hóa được tiến hành trong máy ép nóng được bố trí ở 150°C trong thời gian được xác định bởi lưu biến kế cao su thông thường (tức là $T_{90} + 10\%$ T_{90} , trong đó T_{90} là thời gian để đạt được độ lưu hóa 90%).

Các kết quả thử nghiệm đặc tính cao su dự đoán được nêu dưới đây trong bảng 3. Ứng suất kéo của các mẫu lưu hoá (T300 và T100) được đo theo tiêu chuẩn ASTM D-412. Các đặc tính cơ động (dynamic mechanical properties) được xác định bằng cách sử dụng biến dạng quét động nằm trong khoảng từ 0,01% đến 60% ở 10 Hz và 60°C. $\tan \delta_{\max}$ được lấy làm giá trị tối đa của $\tan \delta$ trong khoảng biến dạng này. ‘+’ cho biết rằng tỷ lệ T300/T100 là cao hơn đáng kể so với ví dụ so sánh A và/hoặc $\tan \delta_{\max}$ là thấp hơn đáng kể so với ví dụ so sánh và tỷ lệ T300/T100 : $\tan \delta_{\max}$ là cao hơn so với ví dụ so sánh. ‘++’ trong bảng 3 cho biết có sự cải thiện lớn về cùng một đặc tính, và ‘+++’ cho biết có sự cải thiện lớn về các đặc tính.

Ví dụ 15

Hỗn hợp gốc ướt được sản xuất bằng cách tác động lên dòng latec cao su thiên nhiên bằng dòng huyền phù chứa chất độn chứa silic oxit (tức là, chất độn ECOBLACK™ CRX-2125 của Cabot Corporation với lượng bằng 12% khối lượng) có vận tốc tương đối cao hơn (75 m/s). Vụn hỗn hợp gốc đã được làm đông tụ, chứa khoảng 80% khối lượng nước, sau đó được loại nước (DW) đến 15% khối lượng nước

bằng cách sử dụng máy ép đùn loại nước (French Oil Mill Machinery Company, Piqua, Ohio). Trong máy ép đùn này, vụn hỗn hợp gốc được ép, và nước được ép ra khỏi vụn được đẩy ra qua thùng xẻ rãnh của máy ép đùn. Sản phẩm đông tụ đã được loại nước thu được được cho rơi vào thiết bị hóa hợp liên tục (Máy trộn liên tục Farrel (FCM), Farrel Corporation), để làm nhuyễn và làm khô. Chất chống oxy hóa, 6PPD, được bổ sung vào FCM ở mức sao cho hàm lượng thu được trong hỗn hợp gốc đã được làm nhuyễn thu được là 1,0 phr. Hàm lượng ẩm của hỗn hợp gốc đã được làm nhuyễn đi ra khỏi FCM nằm trong khoảng 1-2%. Hỗn hợp gốc đã được làm nhuyễn còn được làm nhuyễn và được làm nguội trong máy nghiền hở trong thời gian đủ để cung cấp khoảng 0,7 MJ/kg năng lượng riêng cho hỗn hợp gốc, tạo ra hợp thể đàn hồi đã được làm khô. Hợp thể đàn hồi đã được làm khô được làm nguội và được lưu giữ ở nhiệt độ môi trường. Hợp thể đàn hồi đã được làm khô được hóa hợp trong máy trộn Banbury bằng cách sử dụng công thức giống như trong bảng 1, chỉ khác là chất kết hợp Si-69 được bổ sung với lượng bằng 2% khối lượng chất độn, và 2,5 phr dầu Calight RPO (R.E. Carroll, Inc., Trenton, NJ) cũng được bổ sung vào. Phương pháp hóa hợp nêu trong bảng 2 được thực hiện sau đó. Việc lưu hóa được tiến hành trong máy ép nóng được bố trí ở 150°C trong thời gian được xác định bởi lưu biến kế cao su thông thường (tức là, T90 + 10% T90, trong đó T90 là thời gian để đạt được độ lưu hóa 90%). Các kết quả thử nghiệm đặc tính cao su được nêu trong bảng 4.

Ví dụ 16

Hỗn hợp gốc ướt được sản xuất bằng cách tác động lên dòng latec cao su thiên nhiên bằng dòng huyền phù chứa chất độn chứa silic oxit (tức là, chất độn ECOBLACK™ CRX-2125 của Cabot Corporation với lượng bằng 12% khối lượng) có vận tốc tương đối cao hơn (75 m/s) trong vùng trộn của thiết bị phản ứng đông tụ. Vụn hỗn hợp gốc đã được làm đông tụ, chứa khoảng 80% khối lượng nước, sau đó được loại nước (DW) đến 15% khối lượng nước bằng cách sử dụng máy ép đùn loại nước (French Oil Mill Machinery Company, Piqua, Ohio). Trong máy ép đùn này, vụn hỗn hợp gốc được ép, và nước được ép ra khỏi vụn được đẩy ra qua thùng xẻ rãnh của máy ép đùn. Sản phẩm đông tụ đã được loại nước thu được được cho rơi vào thiết bị hóa hợp liên tục để làm nhuyễn và làm khô (Máy trộn liên tục Farrel (FCM), Farrel Corporation). Chất kết hợp, Si-69, được bổ sung vào FCM ở mức sao cho hàm lượng

thu được trong hỗn hợp gốc đã được làm nhuyễn thu được là 1,0 phr. Hàm lượng ẩm của hỗn hợp gốc đã được làm nhuyễn đi ra khỏi FCM nằm trong khoảng 1-2%. Hỗn hợp gốc đã được làm nhuyễn còn được làm nhuyễn và được làm nguội trong máy nghiền hở trong thời gian đủ để cung cấp khoảng 1,4 MJ/kg năng lượng riêng cho hỗn hợp gốc, tạo ra hợp thể đàn hồi đã được làm khô. Hợp thể đàn hồi đã được làm khô được làm nguội và được lưu giữ ở nhiệt độ môi trường. Khoảng 24 giờ sau khi hỗn hợp gốc đã được làm nhuyễn được thoát ra khỏi máy cán, chất chống oxy hóa, 6PPD, được trộn với hợp thể đàn hồi đã được làm khô ở nồng độ bằng 1,0% khối lượng cao su (phr) bằng cách sử dụng máy trộn Banbury. Thời gian trộn khoảng 1 phút.

Hỗn hợp gốc thu được được hóa hợp trong máy trộn Banbury bằng cách sử dụng công thức nêu trong bảng 1, chỉ khác là 2,5 phr dầu Calight RPO (R.E. Carroll, Inc., Trenton, NJ) được bổ sung cùng với các chất phụ gia khác, và phương pháp hóa hợp nêu trong bảng 2. Việc lưu hóa được tiến hành trong máy ép nóng được bố trí ở 150°C trong thời gian được xác định bởi lưu biến kế cao su thông thường (tức là $T_{90} + 10\%$ T_{90} , trong đó T_{90} là thời gian để đạt được độ lưu hóa 90%). Các kết quả thử nghiệm đặc tính cao su được nêu trong bảng 4.

Bảng 1

Thành phần	Phần khối lượng
Hỗn hợp gốc	đủ để tạo ra 100 phần cao su
6PPD (chất chống oxy hóa)	0,5
ZnO	5,0
Axit stearic	3,0
Nhựa Agerite D	1,5
Chất chống nắng cải tiến	1,5
TBBS	1,4
Lưu huỳnh	1,2

Bảng 2

	Giai đoạn 1	Giai đoạn 2
Hệ số điền đầy	0,75	0,65
Tốc độ động cơ	70 vòng/phút	60 vòng/phút
Áp suất ram	2,8 bar (280kPa)	2,8 bar (280kPa)
Nhiệt độ nước làm mát	50°C	50°C
Trình tự trộn	Thời gian 0 – bổ sung hỗn hợp gốc 0,5 phút – bổ sung các lượng nhỏ 2 phút - dồn thành đồng	Thời gian 0 – bổ sung sản phẩm của giai đoạn 1 và các chất 1 phút - dồn thành đồng
Máy nghiền hồ	Bốn lần cắt và hai lần cán	Bốn lần cắt và hai lần cán; tạo tấm có độ dày cần thiết để thử nghiệm

Bảng 3

Ví dụ số	Vị trí bổ sung Si-69	Vị trí bổ sung 6-PPD	Đặc tính cao su với năng lượng cán 0,7 MJ/kg	Đặc tính cao su với năng lượng cán 1,4 MJ/kg
1 *	Huyền phù	Huyền phù	+	++
1a * (So sánh)	Huyền phù	Huyền phù		
2	Huyền phù	Latec	++	+++
3	Huyền phù	FCM	++	+++
4	Huyền phù	Máy cán	++	+++
5	Huyền phù	Banbury	++	+++
6	Khối trộn	Khối trộn	+	++
7	Khối trộn	FCM	++	+++
8	Khối trộn	Máy cán	++	+++
9	Khối trộn	Banbury	++	+++
10	FCM	FCM	+	++
11	FCM	Máy cán	++	+++
12	FCM	Banbury	++	+++
12a	FCM	Banbury	++	+++
13	Máy cán	Máy cán	+	++
14	Máy cán	Banbury	++	+++
So sánh A	Trong khi hóa hợp	FCM	N/A	N/A
So sánh B	Trong khi hóa hợp	FCM	N/A	N/A

* Ví dụ 1 minh họa việc bổ sung đồng thời Si-69 và thể phân tán Aquanox TMQ vào huyền phù và Ví dụ 1a là bổ sung tuần tự – đầu tiên là thể phân tán Aquanox TMQ và sau đó là Si-69 vào huyền phù.

Bảng 4

	Ví dụ 16	Ví dụ 15 (so sánh)
T100 (MPa)	2,63	2,59
T300 (MPa)	17,04	15,62
T300/T100	6,48	6,03
Tan $\delta_{\max}$	0,097	0,130

Ví dụ 17 - Độ hấp phụ của 6PPD trên chất độn dạng hạt

Hỗn hợp chứa 75 g muội than được xử lý bằng silic (chất độn ECOBLACK CRX2125, Cabot Corporation), 200 g nước, và 500 g etanol được điều chế và được khuấy ở nhiệt độ trong phòng. Độ pH được điều chỉnh đến 9,4 bằng dung dịch amoni hydroxit, sau đó 1,86 g bis-(triethoxysilylpropyl)tetrasulfua (TESPT, Si-69, có bán ở Evonik Industries, Essen, Germany) được bổ sung vào hỗn hợp này. Hỗn hợp này được làm nóng đến 60°C, được khuấy trong thời gian 30 phút ở nhiệt độ 60°C, và được làm nguội. Một nửa vật liệu được làm khô bằng thiết bị làm bay hơi kiểu quay (“CRX2125/Si69”). Phần còn lại được lọc, được rửa ba lần bằng etanol, và được làm khô (“CRX2125/Si69 wash”).

Độ hấp phụ của N-(1,3-đimetylbutyl)-N'-phenyl-p-phenylendi-amin (6PPD, Flexsys, St. Louis, MO) được đo đối với 4 vật liệu: muội than N234 (muội than Vulcan 7H, Cabot Corporation), hai muội than đã được xử lý bằng silic được xử lý bằng Si-69 nêu trên, và muội than đã được xử lý bằng silic CRX 2125 nhưng chưa được xử lý bằng Si-69. Các mẫu được điều chế với 2g chất độn, 10g squalen (Sigma Aldrich), và 6PPD với các lượng khác nhau. Đối với muội than N234, các mẫu được điều chế bằng 0,02 g, 0,05 g, và 0,10 g 6PPD. Đối với muội than được xử lý bằng silic, các mẫu được điều chế bằng 0,01 g, 0,02 g, 0,05 g, và 0,10 g 6PPD. Các mẫu này được lắc qua đêm ở nhiệt độ trong phòng và sau đó được ly tâm. Dịch nổi bề mặt được phân tích về hàm lượng 6PPD bằng quang phổ cộng hưởng từ hạt nhân (NMR). Lượng hấp phụ của 6PPD (“A”) theo lượng chất độn được tính bằng phần trăm khối lượng là

$$A = (100X_o - X) * (W_s + Y) / W_f$$

trong đó W_s là khối lượng của squalen,

W_f là khối lượng của chất độn,

X_o là tỷ lệ giữa tổng khối lượng 6PPD trong mẫu so với tổng khối lượng squalen và tổng khối lượng 6PPD trong mẫu,

X là lượng 6PPD trong dịch nổi bề mặt, tính theo phần trăm khối lượng, và

Y là tổng khối lượng 6PPD trong mẫu.

Phần trăm khối lượng của 6PPD trong dịch nổi bề mặt so với tổng 6PPD và squalen trong dịch nổi bề mặt (tức là 6PPD tự do) được vẽ đồ thị theo tổng 6PPD dưới dạng phần trăm khối lượng của 6PPD và squalen trong dịch nổi bề mặt trên Fig.4. Trên Fig.4, $\square$ là muội than N234 (tức là, VULCAN 7H), $\diamond$ là muội than được cải biến bằng silic chỉ với chất chống oxy hóa (tức là, chất độn CRX 2125 với 6PPD), X là muội than được cải biến bằng silic đã được xử lý sơ bộ bằng chất kết hợp (tức là, chất độn CRX 2125 đã được xử lý sơ bộ bằng Si 69), và Δ là muội than được cải biến bằng silic đã được xử lý sơ bộ bằng chất kết hợp và được rửa (tức là, chất độn CRX 2125 đã được xử lý sơ bộ bằng Si 69 và được rửa).

Các kết quả đã cho thấy rằng phân tử chất chống oxy hóa có ái lực mạnh hơn nhiều đối với chất độn chứa silic oxit so với bề mặt muội than tương đương. Đường cong này cho thấy đối với muội than V7H (N234) là cao nhất trong số các chất độn, thể hiện rằng lượng tối thiểu chất chống oxy hóa được gắn vào chất độn và do đó được giữ lại tối đa trong pha polyme squalen. Điều này chỉ ra rằng chất chống oxy hóa có ái lực yếu nhất đối với muội than là đối với muội than được xử lý bằng silic hoặc muội than được xử lý bằng silic được xử lý bằng chất kết hợp Si-69. Chất chống oxy tỏ ra có ái lực mạnh nhất đối với các hạt muội than được xử lý bằng silic chưa được xử lý. Điều này gợi ý rằng chất chống oxy hóa có thể chiếm các vị trí của silic oxit có hoạt tính trên bề mặt chất độn và duy trì liên kết với chất độn thay vì có mặt trong pha polyme để kết hợp với gốc tự do. Theo các phát hiện này, các nhược điểm bổ sung đối với các hợp thể đàn hồi kết hợp với các chất độn chứa silic oxit bởi vì sự cạnh tranh với chất chống oxy hóa ở vị trí silic oxit trên bề mặt chất độn làm giảm lượng chất kết hợp được gắn vào bề mặt chất độn, điều này là cần thiết đối với sự tương tác mạnh giữa các vị trí

silic oxit trên chất độn và polyme.

Ví dụ 18 - Độ hấp phụ của chất chống oxy hóa (6PPD) trên chất độn silic oxit dạng hạt

Hỗn hợp chứa 75g silic oxit kết tủa (chất độn ZEOSIL 1165, Rhodia Silica), 200g nước, và 500g etanol được điều chế và được khuấy ở nhiệt độ trong phòng.

Độ pH được điều chỉnh đến 9,4 bằng dung dịch amoni hydroxit, sau đó 6g bis-(triethoxysilylpropyl)tetrasulfua (TESPT, Si-69, có bán ở Evonik Industries, Essen, Germany) được bổ sung vào hỗn hợp này. Hỗn hợp này được làm nóng đến 60°C, được khuấy trong thời gian 30 phút ở nhiệt độ 60°C, và được làm nguội. Một nửa vật liệu được làm khô bằng thiết bị làm bay hơi kiểu quay ("Silica/Si69"). Phần còn lại được lọc, được rửa ba lần bằng etanol, và được làm khô ("Silica/Si69 wash").

Độ hấp phụ của N-(1,3-đimetylbutyl)-N'-phenyl-p-phenylendi-amin (6PPD, Flexsys, St. Louis, MO) được đo đối với 4 vật liệu: silic oxit không được xử lý (A), hai silic oxit được xử lý bằng Si-69 nêu trên (B – làm bay hơi kiểu quay, C – được lọc và được rửa), và 50/50 (tính theo khối lượng) hỗn hợp chứa muối than N234 (muối than Vulcan 7H, Cabot Corporation) với ba loại silic oxit nêu trên (lần lượt là D, E, và F). Các mẫu được điều chế bằng 2g chất độn, 10 g squalen (Sigma Aldrich), và 0,01 g, 0,02 g, 0,05 g, hoặc 0,10 g 6PPD. Các mẫu này được lắc qua đêm ở nhiệt độ trong phòng và sau đó được ly tâm. Dịch nổi bề mặt được phân tích về hàm lượng 6PPD bằng quang phổ cộng hưởng từ hạt nhân (NMR). Lượng hấp phụ của 6PPD ("A") theo lượng chất độn được tính bằng phần trăm khối lượng như được mô tả trong ví dụ 17.

Phần trăm khối lượng của 6PPD trong dịch nổi bề mặt so với tổng 6PPD và squalen trong dịch nổi bề mặt (tức là 6PPD tự do) được vẽ đồ thị theo tổng 6PPD dưới dạng phần trăm khối lượng của 6PPD và squalen trong dịch nổi bề mặt trên Fig.5 (A- hình thoi; B – hình vuông; C – hình tam giác; D – X, E – □, F – hình tròn). Các kết quả là phù hợp với các kết quả trong ví dụ 17 đối với muối than được xử lý bằng silic oxit. Lượng 6PPD được hấp phụ trên chất độn là cao hơn (tức là, lower 6PPD tự do thấp hơn) đối với mẫu chỉ chứa silic oxit so với mẫu chứa hỗn hợp silic oxit/muối than, phù hợp với sự quan sát thấy rằng lượng chất chống oxy hóa nhỏ hơn được hấp phụ trên muối than so với trên muối than được xử lý bằng silic oxit. Ngoài ra, chất chống oxy hóa cho thấy ái lực mạnh nhất đối với silic oxit không được xử lý, trong hỗn hợp

với muội than hoặc trên chính nó. Các kết quả đã cho thấy rằng đối với cả muội than được xử lý bằng silic oxit lẫn hỗn hợp chứa silic oxit và muội than, việc cho chất độn chứa silic oxit tiếp xúc với chất kết hợp trước khi cho nó tiếp xúc với chất chống oxy hóa có thể cải thiện sự tương tác giữa silic oxit và polyme bằng cách làm cải thiện tỷ lệ của chất kết hợp trong vật liệu composít liên kết với silic oxit và tỷ lệ của chất chống oxy hóa ở dạng tự do trong pha polyme.

Các ví dụ 19-32

Trong các ví dụ lý thuyết (các ví dụ 19-32) sau, hỗn hợp gốc ướ́t đã được làm đông tụ được sản xuất bằng cách tác động lên dòng latec cao su thiên nhiên bằng dòng huyền phù chứa chất độn chứa silic oxit (tức là, chất độn silic oxit kết tủa-ZEOSIL 1165, Rhodia Silica với lượng bằng 12% khối lượng) có vận tốc tương đối cao hơn (75 m/s) trong vùng trộn của thiết bị phản ứng đông tụ. Dòng chứa 10% axit axetic (theo thể tích) cũng được bơm vào vùng trộn với mức đủ để vụn hỗn hợp gốc đã được làm đông tụ có độ pH khoảng 4.

Vụn hỗn hợp gốc đã được làm đông tụ, chứa nước với lượng nằm trong khoảng từ 70 đến 85% khối lượng, sau đó được loại nước (DW) đến 10-20% khối lượng nước bằng cách sử dụng máy ép đùn loại nước (French Oil Mill Machinery Company, Piqua, Ohio). Trong máy ép đùn này, vụn hỗn hợp gốc được ép, và nước được ép ra khỏi vụn được đẩy ra qua thùng xả rãnh của máy ép đùn. Sản phẩm đông tụ đã được loại nước thu được được cho rơi vào thiết bị hóa hợp liên tục (Máy trộn liên tục Farrel (FCM), Farrel Corporation), trong đó nó được làm nhuyễn và được làm khô. Hàm lượng ẩm của hỗn hợp gốc đã được làm nhuyễn thu được đi ra khỏi FCM nằm trong khoảng 1-2% khối lượng. Hỗn hợp gốc đã được làm nhuyễn còn được làm nhuyễn và được làm nguội trong máy nghiền hở để tạo ra hợp thể đàn hồi khô. Trong mỗi ví dụ, chất kết hợp, bis-(triethoxysilylpropyl)tetrasulfua (TESPT, Si-69, có bán ở Evonik Industries, Essen, Germany), ("Si-69") được bổ sung với lượng bằng khoảng 2,0% khối lượng chất độn và, trừ các ví dụ như đã được chỉ định, chất chống oxy hóa N-(1,3-dimethylbutyl)-N'-phenyl-p-phenylenđiamin (6PPD, Flexsys, St. Louis, MO) ("6PPD") được bổ sung với lượng bằng khoảng 1,0% khối lượng cao su (phr). Đối với ví dụ 30a, chế phẩm phân tán Aquanox TMQ, sản phẩm của Aquaspersions (Halifax, UK) được sử dụng ở hàm lượng bằng khoảng 1,0 phr TMQ.

Vị trí (nơi và trình tự) trong đó hai hoá chất này được bổ sung trong quy trình là được đưa ra đối với mỗi ví dụ trong bảng 5 dưới đây. Trong bảng 5, “Banbury” chỉ ra rằng, khoảng 24 giờ sau khi hỗn hợp gốc đã được làm nhuyễn thoát ra khỏi máy cán, chất chống oxy hóa được trộn với hợp thể đàn hồi đã được làm khô ở nồng độ 1,0% khối lượng cao su (phr) bằng cách sử dụng máy trộn Banbury. Thời gian trộn là khoảng 1 phút. Theo phương án cải biến của mỗi ví dụ, thời gian lưu trên máy cán là sao cho vật liệu compozit được tác động khoảng 0,7 MJ/kg năng lượng riêng. Theo phương án cải biến khác, thời gian lưu tăng gấp đôi để năng lượng riêng đạt khoảng 1,4 MJ/kg.

Để chuẩn bị cho thử nghiệm cơ học, hợp thể đàn hồi đã được làm khô được hóa hợp và lưu hoá. Hợp thể đàn hồi đã được làm khô được trộn trong máy trộn Banbury bằng cách sử dụng công thức nêu trong bảng 1 và phương pháp hóa hợp nêu trong bảng 2, dưới đây. Việc lưu hóa được tiến hành trong máy ép nóng được bố trí ở 150°C trong thời gian được xác định bởi lưu biến kế cao su thông thường (tức là $T_{90} + 10\%$ T_{90} , trong đó T_{90} là thời gian để đạt được độ lưu hóa 90%).

Các kết quả thử nghiệm đặc tính cao su dự đoán được nêu dưới đây trong bảng 5. Ứng suất kéo của các mẫu lưu hoá (T300 và T100) được đo theo tiêu chuẩn ASTM D-412. Các đặc tính cơ động (dynamic mechanical properties) được xác định bằng cách sử dụng biến dạng quét động nằm trong khoảng từ 0,01% đến 60% ở 10 Hz và 60°C. $\tan \delta_{\max}$ được lấy làm giá trị tối đa của $\tan \delta$ trong khoảng biến dạng này. ‘+’ cho biết rằng tỷ lệ T300/T100 là cao hơn đáng kể so với ví dụ so sánh A và/hoặc $\tan \delta_{\max}$ là thấp hơn đáng kể so với ví dụ so sánh và tỷ lệ T300/T100 : $\tan \delta_{\max}$ là cao hơn so với ví dụ so sánh. ‘++’ trong bảng 5 cho biết có sự cải thiện lớn về cùng một đặc tính, và ‘+++’ cho biết có sự cải thiện lớn về các đặc tính.

Bảng 5

Ví dụ Số	Vị trí của bổ sung Si-69	Vị trí bổ sung 6-PPD	Đặc tính cao su với năng lượng cán 0,7 MJ/kg	Đặc tính cao su với năng lượng cán 1,4 MJ/kg
19 *	Huyền phù	Huyền phù	+	++
19a * (So sánh)	Huyền phù	Huyền phù		
20	Huyền phù	Latec	++	+++
21	Huyền phù	FCM	++	+++
22	Huyền phù	Máy cán	++	+++
23	Huyền phù	Banbury	++	+++
24	Khối trộn	Khối trộn	+	++
25	Khối trộn	FCM	++	+++
26	Khối trộn	Máy cán	++	+++
27	Khối trộn	Banbury	++	+++
28	FCM	FCM	+	++
29	FCM	Máy cán	++	+++
30	FCM	Banbury	++	+++
30a	FCM	Banbury	++	+++
31	Máy cán	Máy cán	+	++
32	Máy cán	Banbury	++	+++

* Ví dụ 19 minh họa việc bổ sung đồng thời Si-69 và thể phân tán Aquanox TMQ vào huyền phù và Ví dụ 19a là bổ sung tuần tự – đầu tiên là thể phân tán Aquanox TMQ và sau đó là Si-69 vào huyền phù; trong cả hai trường hợp nồng độ cuối của chất chống oxy hóa là khoảng 1phr.

Các ví dụ 33-45

Trong các ví dụ lý thuyết (các ví dụ 34-43) sau, hỗn hợp gốc ướn đã được làm đông tụ được sản xuất bằng cách tác động lên dòng latec cao su thiên nhiên bằng dòng huyền phù chứa chất độn chứa silic oxit (tức là, chất độn ECOBLACK™ CRX-2125, sản phẩm của Cabot Corporation) có vận tốc tương đối cao hơn (75 m/s) trong vùng

trộn của thiết bị phản ứng đồng tụ.

Vụn hỗn hợp gốc đã được làm đông tụ, chứa nước với lượng nằm trong khoảng từ 70 đến 85% khối lượng, sau đó được loại nước (DW) đến 10-20% khối lượng nước bằng cách sử dụng máy ép đùn loại nước (French Oil Mill Machinery Company, Piqua, Ohio). Trong máy ép đùn này, vụn hỗn hợp gốc được ép, và nước được ép ra khỏi vụn được đẩy ra qua thùng xả rãnh của máy ép đùn. Sản phẩm đông tụ đã được loại nước thu được được cho rơi vào thiết bị hóa hợp liên tục (Máy trộn liên tục Farrel (FCM), Farrel Corporation), trong đó nó được làm nhuyễn và được làm khô. Hàm lượng ẩm của hỗn hợp gốc đã được làm nhuyễn thu được đi ra khỏi FCM nằm trong khoảng 1-2% khối lượng. Hỗn hợp gốc đã được làm nhuyễn còn được làm nhuyễn và được làm nguội trong máy nghiền hở để tạo ra hợp thể đàn hồi khô. Chất kết hợp, bis-(trietoxysilylpropyl)tetrasulfua (TESPT, Si-69, có bán ở Evonik Industries, Essen, Germany), (“Si-69”) được bổ sung với lượng bằng khoảng 2,0% khối lượng chất độn và, trừ các ví dụ như đã được chỉ định, chất chống oxy hóa N-(1,3-đimetylbutyl)-N'-phenyl-p-phenylendiamin (6PPD, Flexsys, St. Louis, MO) (“6PPD”) được bổ sung với lượng chỉ định trên cơ sở khối lượng cao su (phr). Vị trí (nơi và trình tự) trong đó hai hoá chất này được bổ sung trong quy trình là được đưa ra đối với mỗi ví dụ trong bảng 7 dưới đây. Trong bảng 7, “Banbury” chỉ ra rằng, khoảng 24 giờ sau khi hỗn hợp gốc đã được làm nhuyễn thoát ra khỏi máy cán, chất chống oxy hóa được trộn với hợp thể đàn hồi đã được làm khô ở nồng độ 1,0% khối lượng cao su (phr) bằng cách sử dụng máy trộn Banbury. Thời gian trộn là khoảng 1 phút. Trong các ví dụ 33-38 và 41-44, thời gian lưu trên máy cán là sao cho vật liệu composit được tác động khoảng 0,7 MJ/kg năng lượng riêng. Trong các ví dụ 39 và 40, thời gian lưu tăng gấp đôi để năng lượng riêng đạt khoảng 1,4 MJ/kg.

Ví dụ 33 trong bảng 7 là a ví dụ so sánh, trong đó không một chất kết hợp nào được bổ sung trong quá trình sản xuất hỗn hợp gốc theo công nghệ ướt. Đúng hơn là, chất kết hợp được bổ sung trong công đoạn hóa hợp như đã được nêu trong bảng 7. Các ví dụ 44 và 45 cũng là các ví dụ so sánh, trong đó hỗn hợp gốc trộn khô (tức là, hỗn hợp chứa cao su thiên nhiên và chất độn khô đã được làm đông tụ) được sử dụng thay vì hỗn hợp gốc ướt. Các ví dụ 44 và 45 sử dụng cùng một thành phần đối với chất kết hợp, cao su, và chất chống oxy hóa như nêu trong bảng 1, trừ việc trộn là trộn khô

và chất độn có mặt với lượng 51 phr. Phương pháp trộn và hóa hợp được nêu bảng 6 dưới đây.

Bảng 6

	Giai đoạn 1	Giai đoạn 2	Giai đoạn 3
Hệ số điền đầy	0,75	0,75	0,65
Tốc độ động cơ	80 vòng/phút	80 vòng/phút	60 vòng/phút
Áp suất Ram	2,8 bar (280kPa)	2,8 bar (280kPa)	2,8 bar (280kPa)
Nhiệt độ nước làm mát	50°C	50°C	50°C
Trình tự trộn	Thời gian 0 – bổ sung cao su 0,5 phút – bổ sung 2/3 chất độn và bổ sung Si-69 1 phút – bổ sung chất độn còn lại 150 °C – đồn thành đồng	Thời gian 0 – bổ sung sản phẩm of giai đoạn 1 0,5 phút – bổ sung các lượng nhỏ 2 phút - đồn thành đồng	Thời gian 0 – bổ sung sản phẩm giai đoạn 2 và các chất 1 phút - đồn thành đồng
Máy nghiền hồ	Bốn lần cắt và hai lần cán	Bốn lần cắt và hai lần cán	Bốn lần cắt và hai lần cán; tạo thành tấm có độ dày cần thiết để thử nghiệm

Để chuẩn bị cho thử nghiệm cơ học, hợp thể đàn hồi đã được làm khô được hóa hợp và lưu hoá. Hợp thể đàn hồi đã được làm khô trong các ví dụ 33-43 được trộn trong máy trộn Banbury bằng cách sử dụng công thức nêu trong bảng 1 và phương pháp hóa hợp nêu trong bảng 2. Vật liệu composit đã được trộn khô đối với các ví dụ 44 và 45 được sử dụng dưới dạng hóa hợp. Việc lưu hóa được tiến hành trong máy ép nóng được bố trí ở 150°C trong thời gian được xác định bởi lưu biến kế cao su thông thường (tức là $T_{90} + 10\% T_{90}$, trong đó T_{90} là thời gian để đạt được độ lưu hóa 90%).

Các kết quả thử nghiệm đặc tính cao su được nêu dưới đây trong bảng 7. Ứng suất kéo của các mẫu lưu hoá (T300 và T100) được đo theo tiêu chuẩn ASTM D-412. Các đặc tính cơ động được xác định bằng cách sử dụng biến dạng quét động nằm trong khoảng từ 0,01% đến 60% ở 10 Hz và 60°C. $\tan \delta_{\max}$ được lấy làm giá trị tối đa của $\tan \delta$ trong khoảng biến dạng này.

Bảng 7

Ví dụ	33*	34	35	36	37	38	39	40	41	42	43	44*	45*
Bổ sung Si69 vào hỗn hợp gốc ứơt	không	FCM	FCM	FCM	FCM	FCM	FCM	FCM	Huyện phù	Huyện phù	Huyện phù	n/a	n/a
Bổ sung 6-PPD vào hỗn hợp gốc ứơt	FCM	Banbury	không	Banbury	Banbury	Banbury	không	FCM	Banbury	không	Banbury	n/a	n/a
6-PPD được bổ sung vào hỗn hợp gốc ứơt (phr)	1	1	0	1	2	1	0	1	1	0	1	n/a	n/a
6-PPD được bổ sung trong khi hóa hợp	0,5	0,5	1,5	0,5	0,5	0,5	1,5	0,5	0,5	1,5	0,5	n/a	n/a
Si69 được bổ sung trong khi hóa hợp (phần % chất độn)	2	0	0	1	0	0	0	0	0	0	1	n/a	n/a
Lưu ý việc trộn	Hỗn hợp gốc ứơt không có Si69	Hỗn hợp gốc ứơt Si69 trong FCM						Hỗn hợp gốc ứơt Si69 trong huyện phù				Trộn khô	
Lưu ý bổ sung	Si69 được bổ sung trong khi hóa hợp						Cán thêm	Cán nghiền					
100% mod. (MPa)	3,06	2,75	2,75	2,71	2,78	3,01	2,58	2,85	2,89	2,94	3,11	3,05	3,4
300% mod. (MPa)	18,02	16,59	17,05	16,23	16,97	18,72	16,62	17,2	17,72	17,57	18,27	16,29	17,36
M300/M100	5,89	6,03	6,20	5,99	6,10	6,22	6,44	6,04	6,13	5,98	5,87	5,34	5,11
Mức nảy (%)	60,5	61,6	62,6	61,0	60,8	63,2	62,8	62,9	60,4	61,6	61,2	59,2	58,1
tan delta cao nhất 60C	0,140	0,131	0,128	0,131	0,134	0,109	0,122	0,118	0,141	0,136	0,124	0,126	0,126
Tỷ lệ độn Ecoblack của TGA (phr)	51,9	50,0	50,0	50,0	51,0	50,9	50,9	49,4	52,7	52,7	52,7	51,4	52,2

*Các ví dụ so sánh

Người nộp đơn kết hợp cụ thể toàn bộ nội dung của các tài liệu tham khảo trong bản mô tả này. Ngoài ra, khi hàm lượng, nồng độ, hoặc giá trị hoặc thông số khác được thể hiện trong khoảng, khoảng được ưu tiên, hoặc danh sách các giá trị thích hợp cao hơn và các giá trị thích hợp thấp hơn, thì cần phải hiểu rằng toàn bộ khoảng được bộc lộ cụ thể được tạo ra từ cặp bất kỳ của khoảng giới hạn cao hơn bất kỳ hoặc giá trị được ưu tiên và khoảng giới hạn thấp hơn bất kỳ hoặc giá trị được ưu tiên, cho dù các khoảng này được bộc lộ cụ thể. Khi khoảng các giá trị được nêu trong bản mô tả này, trừ khi có quy định khác, thì khoảng này được dùng để bao gồm cả các đầu mút của nó, và toàn bộ các số nguyên và phân số nằm trong khoảng này. Điều này không có nghĩa là phạm vi của sáng chế bị giới hạn bởi các giá trị cụ thể được nêu khi xác định khoảng này.

Các phương án khác theo sáng chế sẽ được người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật này hiểu rõ khi xem xét bản mô tả này và phần ví dụ thực hiện sáng chế được bộc lộ trong bản mô tả này. Điều được dự liệu là bản mô tả và các ví dụ chỉ nhằm mục đích minh họa cùng với phạm vi của sáng chế được thể hiện bằng Yêu cầu bảo hộ kèm theo.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Phương pháp sản xuất hợp thể đàn hồi bao gồm các bước:

 nạp dòng liên tục chất lỏng thứ nhất chứa latec thể đàn hồi vào vùng trộn của thiết bị phản ứng đông tụ;

 nạp dòng liên tục chất lỏng thứ hai bao gồm dạng hạt chất độn chứa silic oxit bằng áp lực vào vùng trộn của thiết bị phản ứng đông tụ để tạo ra hỗn hợp chứa latec thể đàn hồi, việc nạp chất lỏng thứ hai vào chất lỏng thứ nhất trong thiết bị phản ứng đông tụ là đủ mạnh để làm đông tụ ít nhất một phần latec thể đàn hồi khi latec thể đàn hồi được trộn với chất độn dạng hạt chứa silic oxit trong thiết bị phản ứng đông tụ; và

 còn bao gồm bước đưa ít nhất một chất kết hợp và bước đưa ít nhất một chất chống oxy hoá loại amin, sao cho chất độn dạng hạt chứa silic oxit tiếp xúc với chất kết hợp trước khi chất độn chứa silic oxit tiếp xúc với chất chống oxy hoá loại amin, và trong đó chất kết hợp được đưa vào vùng trộn hoặc sau khi hỗn hợp này đi ra khỏi vùng trộn.

2. Phương pháp sản xuất hợp thể đàn hồi bao gồm các bước:

 nạp dòng liên tục chất lỏng thứ nhất chứa latec thể đàn hồi vào thiết bị phản ứng đông tụ;

 nạp dòng liên tục chất lỏng thứ hai chứa chất độn dạng hạt được chọn từ muối than được xử lý bằng silic, muối than được phủ silic oxit, hoặc hỗn hợp chứa cả hai loại muối than này bằng áp lực vào thiết bị phản ứng đông tụ để tạo ra hỗn hợp chứa latec thể đàn hồi, việc nạp chất lỏng thứ hai vào chất lỏng thứ nhất trong thiết bị phản ứng đông tụ là đủ mạnh để làm đông tụ ít nhất một phần latec thể đàn hồi khi latec thể đàn hồi được trộn với chất độn dạng hạt chứa silic oxit trong thiết bị phản ứng đông tụ; và

 còn bao gồm bước đưa ít nhất một chất kết hợp và bước đưa ít nhất một chất chống oxy hoá loại amin, sao cho chất độn dạng hạt tiếp xúc với chất kết hợp trước khi chất độn dạng hạt tiếp xúc với chất chống oxy hoá loại amin.

3. Phương pháp theo điểm 2, trong đó chất kết hợp được đưa vào chất lỏng thứ hai ở thời điểm bất kỳ trước khi nạp chất lỏng thứ hai vào thiết bị phản ứng đông tụ.

4. Phương pháp theo điểm 2, trong đó chất kết hợp được đưa vào chất lỏng thứ hai ở thời điểm bất kỳ trước khi thiết bị phản ứng đông tụ và chất chống oxy hoá loại amin

được đưa vào chất lỏng thứ nhất ở thời điểm bất kỳ trước khi thiết bị phản ứng đông tụ.

5. Phương pháp theo điểm 1, trong đó chất kết hợp được đưa vào hỗn hợp trong thiết bị phản ứng đông tụ.

6. Phương pháp theo điểm 1, trong đó chất kết hợp được đưa vào hỗn hợp sau khi hỗn hợp này đi ra khỏi thiết bị phản ứng đông tụ.

7. Phương pháp theo điểm 1, trong đó phương pháp này còn bao gồm tiến hành một hoặc nhiều bước xử lý sau khi hợp thể đàn hồi đi ra khỏi thiết bị phản ứng đông tụ.

8. Phương pháp theo điểm 7, trong đó bước xử lý bao gồm ít nhất một trong số các bước sau:

a) loại nước ra khỏi hỗn hợp để thu được hỗn hợp đã được loại nước;

b) trộn hoặc hóa hợp hỗn hợp đã được loại nước để thu được hỗn hợp đã được hóa hợp;

c) nghiền hỗn hợp đã được hóa hợp để thu được hỗn hợp đã được nghiền;

d) tạo hạt hoặc trộn hỗn hợp đã được nghiền;

e) đóng kiện hỗn hợp sau khi tạo hạt hoặc trộn để thu được hỗn hợp đóng kiện;

và

f) tùy ý phá rời hỗn hợp đã được đóng kiện và trộn.

9. Phương pháp theo điểm 8, trong đó chất kết hợp được đưa vào ngay trước khi và/hoặc trong khi tiến hành một hoặc nhiều bước từ a) đến f).

10. Phương pháp theo điểm 1, trong đó chất độn chứa silic oxit là muối than được xử lý bằng silic, muối than được phủ silic oxit, silic oxit kết tủa, muối silic oxit, hoặc hỗn hợp bất kỳ của chúng.

11. Phương pháp theo điểm 1, trong đó chất chống oxy hoá loại amin bao gồm N-(1,3-dimethylbutyl)-N-phenyl-p-phenylendiamin.

12. Phương pháp theo điểm 1, trong đó phương pháp này còn bao gồm bước xả dòng gần như liên tục hợp thể đàn hồi ra khỏi thiết bị phản ứng đông tụ.

13. Phương pháp theo điểm 7, trong đó chất chống oxy hoá loại amin được đưa vào một hoặc nhiều bước xử lý thêm.

14. Phương pháp theo điểm 1, trong đó phương pháp này còn bao gồm bước trộn khô hợp thể đàn hồi với thể đàn hồi bổ sung để tạo ra hỗn hợp hợp thể đàn hồi.

15. Phương pháp sản xuất hợp thể đàn hồi bao gồm các bước:

 nạp dòng liên tục chất lỏng thứ nhất chứa latec thể đàn hồi vào thiết bị phản ứng đông tụ;

 nạp dòng liên tục chất lỏng thứ hai chứa chất độn dạng hạt chứa silic oxit bằng áp lực vào thiết bị phản ứng đông tụ để tạo ra hỗn hợp chứa latec thể đàn hồi, việc nạp chất lỏng thứ hai vào chất lỏng thứ nhất trong thiết bị phản ứng đông tụ là đủ mạnh để làm đông tụ ít nhất một phần latec thể đàn hồi khi latec thể đàn hồi được trộn với chất độn dạng hạt chứa silic oxit trong thiết bị phản ứng đông tụ; và

 còn bao gồm bước đưa ít nhất một chất kết hợp và bước đưa ít nhất một chất chống oxy hoá loại amin vào phương pháp này, trong đó chất kết hợp và chất chống oxy hoá loại amin được đưa vào ở cùng một thời điểm và trong đó latec thể đàn hồi được đưa vào dưới dạng bổ sung một lần hoặc nhiều lần.

16. Phương pháp theo điểm 15, trong đó chất kết hợp và chất chống oxy hoá loại amin được đưa vào chất lỏng thứ hai ở thời điểm bất kỳ trước khi nạp chất lỏng thứ hai vào thiết bị phản ứng đông tụ.

17. Phương pháp theo điểm 15, trong đó chất kết hợp và chất chống oxy hoá loại amin được đưa vào chất lỏng thứ nhất ở thời điểm bất kỳ trước khi thiết bị phản ứng đông tụ.

18. Phương pháp theo điểm 15, trong đó chất kết hợp và chất chống oxy hoá loại amin được đưa vào hỗn hợp trong thiết bị phản ứng đông tụ.

19. Phương pháp theo điểm 15, trong đó chất kết hợp và chất chống oxy hoá loại amin được đưa vào hỗn hợp sau khi hỗn hợp đi ra khỏi thiết bị phản ứng đông tụ.

20. Phương pháp theo điểm 15, trong đó phương pháp này còn bao gồm tiến hành một hoặc nhiều bước xử lý sau khi hợp thể đàn hồi đi ra khỏi thiết bị phản ứng đông tụ.

21. Phương pháp theo điểm 20, trong đó bước xử lý bao gồm ít nhất một trong số các bước sau:

- a) loại nước ra khỏi hỗn hợp để thu được hỗn hợp đã được loại nước;
- b) trộn hoặc hóa hợp hỗn hợp đã được loại nước để thu được hỗn hợp đã được hóa hợp;
- c) nghiền hỗn hợp đã được hóa hợp để thu được hỗn hợp đã được nghiền;
- d) tạo hạt hoặc trộn hỗn hợp đã được nghiền;
- e) đóng kiện hỗn hợp sau khi tạo hạt hoặc trộn để thu được hỗn hợp đã được

đóng kiện; và

f) tùy ý phá rời hỗn hợp đã được đóng kiện và trộn.

22. Phương pháp theo điểm 21, trong đó chất kết hợp được đưa vào ngay trước khi và/hoặc trong khi tiến hành một hoặc nhiều bước trong số các bước từ a) đến f).
23. Phương pháp theo điểm 15, trong đó chất độn chứa silic oxit là muội than được xử lý bằng silic, muội than được phủ silic oxit, silic oxit kết tủa, silic oxit được hun khói, hoặc hỗn hợp bất kỳ của chúng.
24. Phương pháp theo điểm 15, trong đó chất chống oxy hoá loại amin bao gồm N-(1,3-đimetylbutyl)-N-phenyl-p-phenylendiamin.
25. Phương pháp theo điểm 15, trong đó phương pháp này còn bao gồm việc xả dòng gần như liên tục hợp thể đàn hồi ra khỏi thiết bị phản ứng đồng tụ.
26. Phương pháp theo điểm 20, trong đó chất chống oxy hoá loại amin được đưa vào một hoặc nhiều bước xử lý thêm.
27. Phương pháp theo điểm 15, trong đó phương pháp này còn bao gồm bước trộn khô hợp thể đàn hồi với thể đàn hồi bổ sung để tạo ra hỗn hợp hợp thể đàn hồi.
28. Phương pháp theo điểm 7, trong đó bước xử lý thêm bao gồm ít nhất bước nghiền bằng trục lăn hợp thể đàn hồi được tiến hành trong thời gian đủ để tạo cho hợp thể đàn hồi có năng lượng riêng ít nhất khoảng 0,7 MJ/kg.
29. Phương pháp theo điểm 20, trong đó bước xử lý thêm bao gồm ít nhất bước nghiền bằng trục lăn hợp thể đàn hồi được tiến hành trong thời gian đủ để tạo cho hợp thể đàn hồi có năng lượng riêng ít nhất khoảng 0,7 MJ/kg.
30. Phương pháp theo điểm 2, trong đó chất kết hợp được đưa vào hỗn hợp trong thiết bị phản ứng đồng tụ.
31. Phương pháp theo điểm 2, trong đó chất kết hợp được đưa vào hỗn hợp sau khi hỗn hợp đi ra khỏi thiết bị phản ứng đồng tụ.
32. Phương pháp theo điểm 2, trong đó phương pháp này còn bao gồm việc tiến hành một hoặc nhiều bước xử lý sau khi hợp thể đàn hồi đi ra khỏi thiết bị phản ứng đồng tụ.
33. Phương pháp theo điểm 32, trong đó bước xử lý bao gồm ít nhất một trong số các bước sau:

- a) loại nước ra khỏi hỗn hợp để thu được hỗn hợp đã được loại nước;
- b) trộn hoặc hóa hợp hỗn hợp đã được loại nước để thu được hỗn hợp đã được hóa hợp;
- c) nghiền hỗn hợp đã được hóa hợp để thu được hỗn hợp đã được nghiền;
- d) tạo hạt hoặc trộn hỗn hợp đã được nghiền;
- e) đóng kiện hỗn hợp sau khi tạo hạt hoặc trộn để thu được hỗn hợp đã được đóng kiện; và
- f) tùy ý phá rời hỗn hợp đã được đóng kiện và trộn.

34. Phương pháp theo điểm 33, trong đó chất kết hợp được đưa vào ngay trước khi và/hoặc trong khi tiến hành một hoặc nhiều bước trong số các bước từ a) đến f).

35. Phương pháp theo điểm 32, trong đó chất chống oxy hoá loại amin được đưa vào một hoặc nhiều bước xử lý thêm.

36. Phương pháp theo điểm 2, trong đó chất chống oxy hoá loại amin bao gồm N-(1,3-đimetylbutyl)-N-phenyl-p-phenylendi-amin.

37. Phương pháp theo điểm 2, trong đó phương pháp này còn bao gồm bước xả dòng gần như liên tục hợp thể đàn hồi ra khỏi thiết bị phản ứng đồng tụ.

38. Phương pháp theo điểm 2, trong đó phương pháp này còn bao gồm bước trộn khô hợp thể đàn hồi với thể đàn hồi bổ sung để tạo ra hỗn hợp hợp thể đàn hồi.

39. Hợp thể đàn hồi đã được lưu hóa bao gồm ít nhất một thể đàn hồi, ít nhất một chất độn dạng hạt chứa silic oxit, ít nhất một chất kết hợp, và ít nhất một chất phụ gia bổ sung, trong đó thể đàn hồi này là cao su nhiên nhiên, và chất độn chứa silic oxit có mặt với lượng nằm từ khoảng từ 40 đến 90 phr (phần khối lượng cho 100 phần khối lượng hệ cao su), và trong đó hợp thể đàn hồi đã được lưu hóa này có tỷ lệ T300/T100:tan delta (tan delta được đo ở nhiệt độ 60°C) nằm trong khoảng từ 47 đến 70.

40. Hợp thể đàn hồi đã được lưu hóa theo điểm 39, trong đó ít nhất một chất phụ gia bổ sung nêu trên bao gồm ít nhất một chất chống oxy hoá.

41. Hợp thể đàn hồi đã được lưu hóa theo điểm 39, trong đó chất độn chứa silic oxit nêu trên chứa silic oxit với lượng nhỏ hơn hoặc bằng 50% khối lượng hoặc nhỏ hơn, tính theo khối lượng của chất độn chứa silic oxit nêu trên.

42. Hợp thể đàn hồi chứa ít nhất một thể đàn hồi, ít nhất một chất độn dạng hạt chứa

silic oxit, ít nhất một chất kết hợp, và ít nhất một chất phụ gia bổ sung, và chất độn dạng hạt chứa silic oxit này có mặt với lượng nằm từ khoảng từ 10 đến 90 phr, và trong đó hợp thể đàn hồi thu được chứa chất chống oxy hoá tự do với lượng ít nhất 70% khối lượng của chất chống oxy hoá có mặt trong hợp thể đàn hồi.

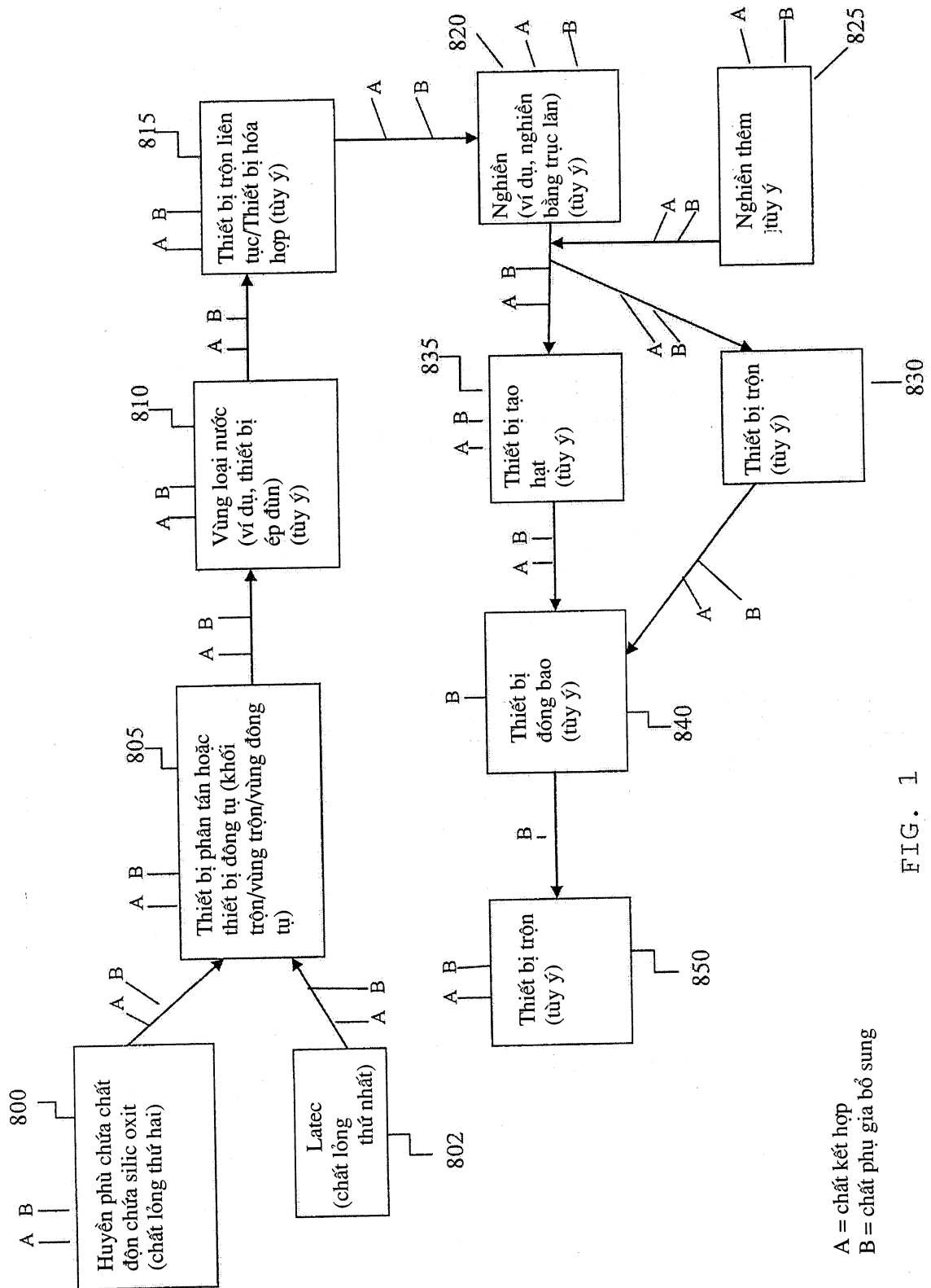


FIG. 1

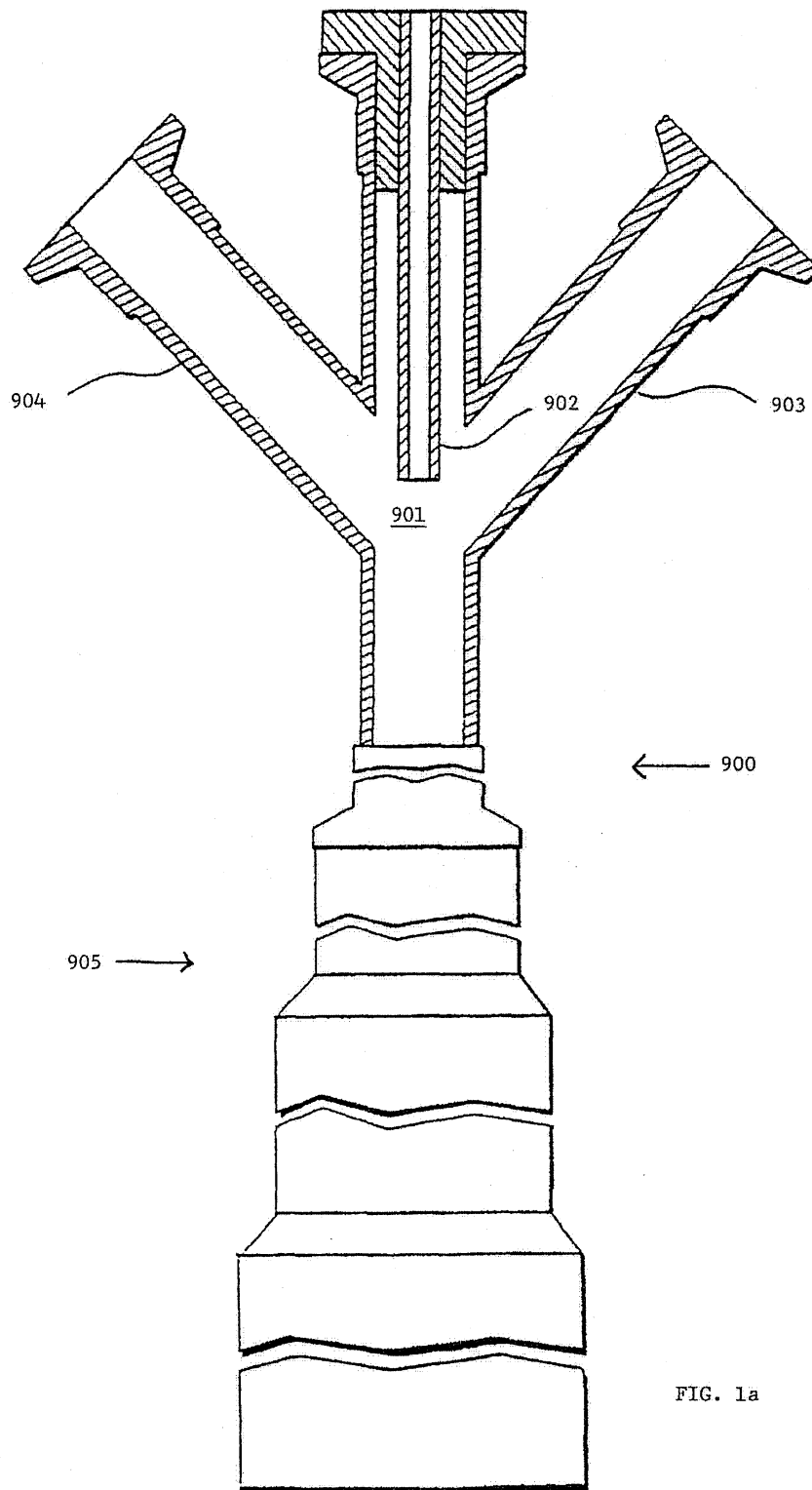


FIG. 1a

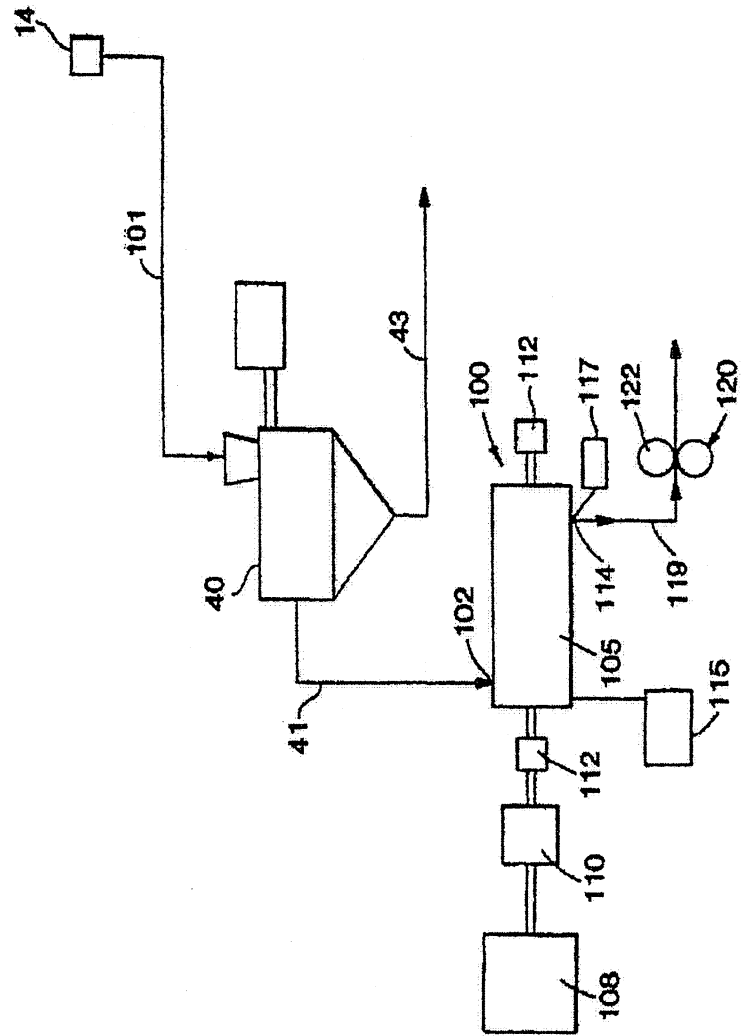


FIG. 2

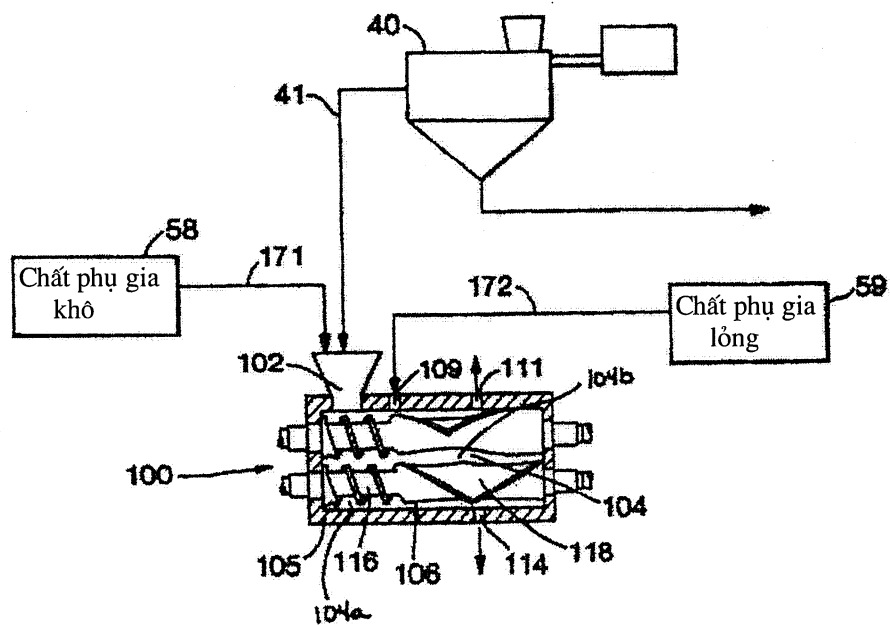


FIG. 3

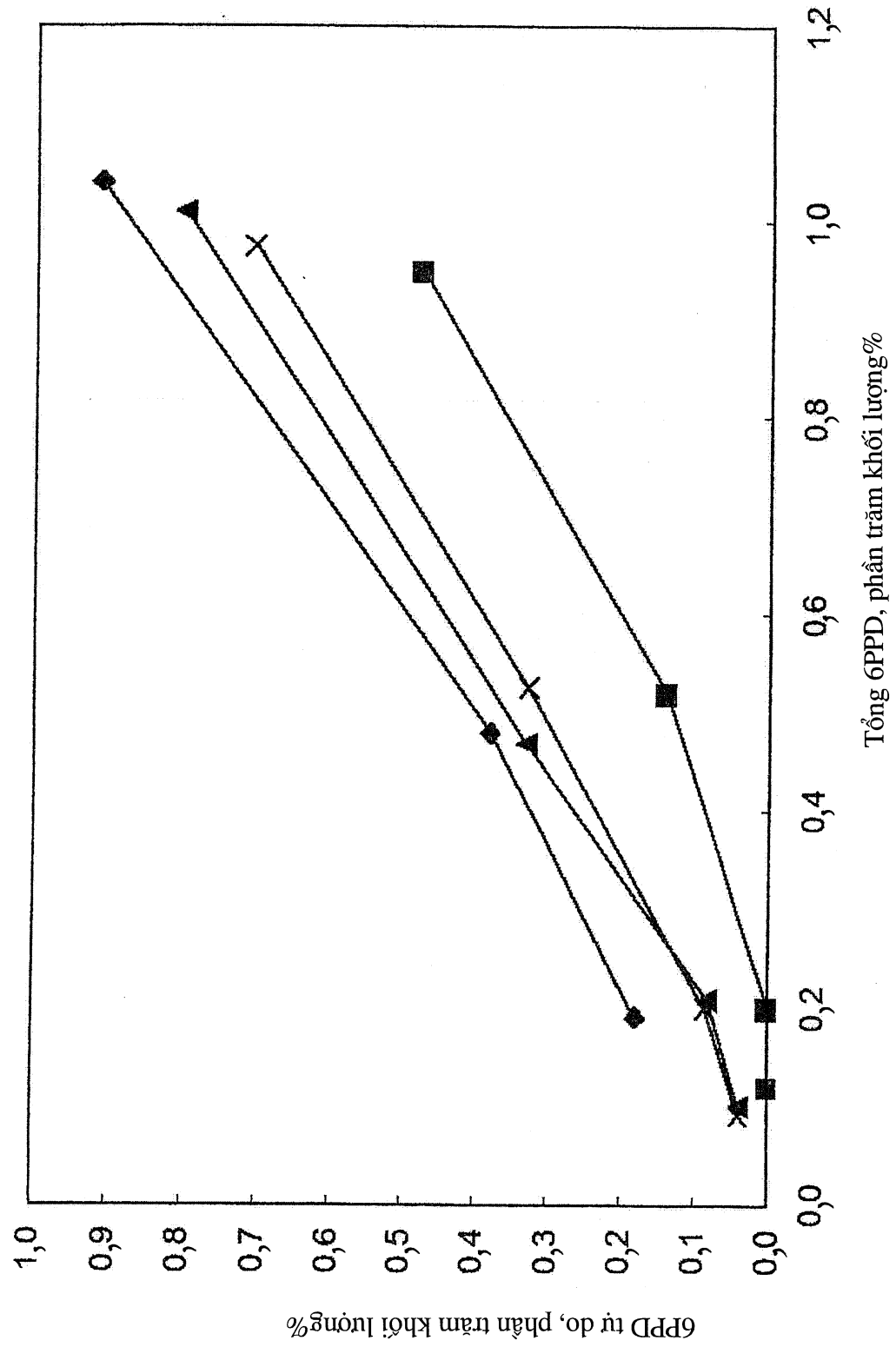


FIG. 4

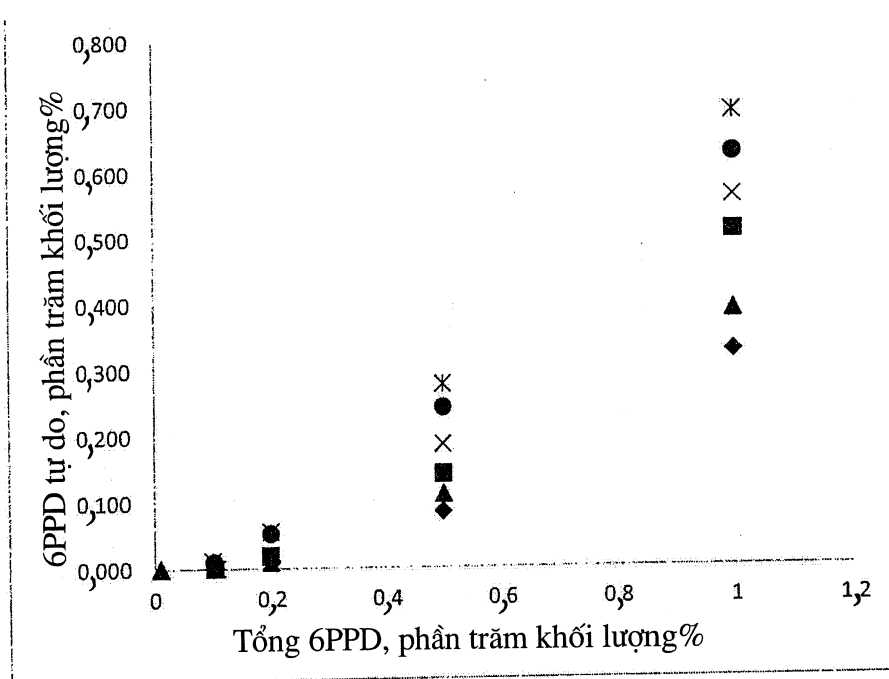


FIG. 5